Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'

ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

182. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 8 TEXTABBILDUNGEN

(ABGESCHLOSSEN AM 15. AUGUST 1961)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1961

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J.F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J.F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials zur Ermöglichung rascher Veröffentlichung zwanglos in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e.V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommens die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. *Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.*

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg 1, Postfach 3027
Fernsprecher 27901; Fernschreibnummer 04-61723
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301; Fernschreibnummer 01-83319

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 182 — **Inhaltsverzeichnis** — (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

GRÄBNER, H.-J., Ein Extraktionsverfahren zur schnellen colorimetrischen Bestimmung kleiner Kupfergehalte in Stählen, Legierungen auf Nickel-Kobalt-Basis und deren Zusätzen bei der Erschmelzung 401

PROBSTHAIN, K., Die Bromaufnahme von Phenolen, Phenolalkoholen und Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten. Mit 1 Textabbildung 409

BRODERSEN, K., und U. SCHLENKER, Zur analytischen Trennung quecksilberorganischer Verbindungen des Typs R-Hg-Br. Mit 2 Textabbildungen 421

OKÁČ, A., und M. VRCHLABSKÝ, Reaktionen des Glyoxal-bis-(2-hydroxyanils) mit Seltenen Erden und Zinn(II)-salzen 425

CASTIGLIONI, A., Gaschromatographie von Äthylendiamin- und Piperazinmischungen. Mit 1 Textabbildung 428

VECSERNYÉS, L., Spektrochemische Bestimmung von 18 Spurenelementen in Silicium. Mit 3 Textabbildungen 429

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem chemischen Laboratorium der Stahlwerke Bochum AG, Bochum

Ein Extraktionsverfahren zur schnellen colorimetrischen Bestimmung kleiner Kupfergehalte in Stählen, Legierungen auf Nickel-Kobalt-Basis und deren Zusätzen bei der Erschmelzung

Von
H.-J. Gräbner

(Eingegangen am 11. März 1961)

Für die colorimetrische Bestimmung von Kupfer in Stählen sind in den letzten Jahren eine Reihe von Reagentien bekanntgeworden, die entweder unter Einschaltung einer Extraktion mit einem organischen Lösungsmittel oder durch direkte Anfärbung der wäßrigen Lösung zum Ziele führen. Von der letzten Gruppe wenden wir seit einigen Jahren mit bestem Erfolg das Biscyclohexanonoxalyldihydrazon in Anlehnung an die abgeänderte Vorschrift von Haywood u. Sutcliffe[5] in unserem Laboratorium an. Dieses auf unsere Verhältnisse zugeschnittene Verfahren ist für sämtliche Stähle bis zu 50% an Legierungselementen brauchbar. Es stellen sich jedoch nicht reproduzierbare Fehler ein, sobald die Stähle, z. B. Schnelldrehstähle, mehr als 0,5% Kobalt enthalten. Auf diese Störung durch Kobalt haben inzwischen auch Elliot u. Mitarb.[2] hingewiesen, die durch eine Dithizon-Extraktion das Kupfer vor der eigentlichen Farbkomplexbildung von den Störelementen abtrennen. Uns erschien dieser Weg zu umständlich, zumal wir in der Zwischenzeit von mehreren Arbeiten[1,3,4,6] Kenntnis enthielten, die sich mit der colorimetrischen Bestimmung des Kupfers im organischen Extraktionsmittel unter Anwendung von 2,2′-Dichinolyl befaßten, wobei Kobalt nicht stören soll. Das 2,2′-Dichinolyl erwies sich bei orientierenden Versuchen als sehr gut brauchbar und es gelang uns, auf der Grundlage dieses Verfahrens eine rasche und genaue Methode zur colorimetrischen Kupferbestimmung in Stählen, Legierungen auf Nickel-Kobalt-Basis sowie den zu ihrer Herstellung notwendigen Zusätzen auszuarbeiten.

Um die verschiedenen Materialien in Lösung zu bringen, hielten wir uns zunächst an die Vorschrift des British-Standard[1], behandelten also mit Salpeter- oder/und Salzsäure und erhitzten dann mit einer Mischung von Schwefel- und Phosphorsäure zum Rauchen, um keine Ausfällungen bei wolframhaltigen Proben befürchten zu müssen. Nach vergleichenden Versuchen an Stählen, die einerseits mit Schwefel-Phosphorsäure, andererseits mit Perchlorsäure bis zum Rauchen behandelt wurden,

Tabelle 1

Lfd. Nr.	Probenmaterial	Cu-Gehalt %	Cu-Zusatz %	Reagenszusätze: Ascorbinsäurelösung ml	Reagenszusätze: $FeCl_3$-Lösung ml	gefunden % Cu: Zusatz	gefunden % Cu: gesamt	Bemerkungen
26	NBS 161	0,045	—	5	0		0,039	Die Probe enthält nur 15% Eisen
26				5	0		0,039	
26				5	0		0,034	
26				5	0		0,035	
26				5	1,2		0,037	
22				5	2,5		0,044	
22				5	2,5		0,043	
27	NBS 168	0,035	—	5	0		0,030	Die Probe enthält nur 3,4% Eisen
27				5	0		0,030	
27				5	0		0,028	
27				5	0		0,028	
27				5	1,2		0,034	
23				5	2,5		0,036	
23				5	2,5		0,034	
28	NBS 169	0,015	—	5	0		0,014	Die Probe enthält nur 0,5% Eisen
28				5	0		0,014	
28				5	1,2		0,016	
24				5	2,5		0,015	
24				5	2,5		0,014	
29	Nickelmetall		—	5	0		0,001	
29	spektral rein			5	0		0,002	
29		0,001	0,200	5	0	0,201	0,202	
30	Kobaltmetall		—	5	0		0,001	
30	spektral rein			5	0		0,002	
30		0,001	0,200	5	0	0,198	0,199	
31	Elektrolyt-		—	5	0		0,001	
31	mangan			5	0		0,002	
31		0,001	0,200	5	0	0,200	0,201	
32	Ferrowolfram		—	5	0		0,056	80% W
32				5	0		0,057	
32		0,056	0,200	5	0	0,202	0,258	
33	Ferrotitan		—	5	0		0,048	30% Ti
33				5	0		0,046	
33		0,047	0,200	5	0	0,201	0,248	
34	Chrommetall		—	5	0		0,000	
34	spektral rein			10	0		0,001	
34		0,000	0,200	10	0	0,162	0,162	
34			0,200	20	0	0,179	0,179	
34			0,200	10	0,6	0,194	0,194	
34			0,200	10	1,2	0,199	0,199	
34			0,200	10	2,5	0,200	0,200	
34			0,200	10	5	0,202	0,202	
34			0,200	10	10	0,206	0,206	

Tabelle 1 (Fortsetzung)

Lfd. Nr.	Probenmaterial	Cu-Gehalt %	Cu-Zusatz %	Reagenszusätze: Ascorbinsäurelösung ml	Reagenszusätze: $FeCl_3$-Lösung ml	gefunden % Cu: Zusatz	gefunden % Cu: gesamt	Bemerkungen
35	Ferrovanadin		—	5	0		0,023	81% V
35				5	10		0,027	
35		0,027	0,200	5	0		0,183	
35			0,200	10	0		0,142	
35			0,200	5	1,2	0,181	0,208	
35			0,200	5	2,5	0,207	0,234	
35			0,200	5	5	0,207	0,234	
35			0,200	5	10	0,202	0,229	
35			0,200	5	20	0,199	0,226	
35			0,200	5	50	0,227	0,254	
36	Ferromolybdän		—	5	0		0,296	69% Mo
36				5	0		0,299	
36		0,297	0,100	5	0	0,092	0,389	
36			0,100	10	0	0,100	0,397	
36			0,100	10	1,2	0,100	0,397	
36			0,100	10	5		0,350	
36			0,100	10	10		0,221	
37	Molybdänmetall			10	0		0,072	
37	spektral rein	0,072	0,200	10	0	0,200	0,272	
37			0,200	10	2,5	0,200	0,272	
38	Ammonium-			10	0		0,002	Cu-Gehalt auf
38	molybdat p. a.			10	0		0,002	Mo bezogen

entschieden wir uns für die letzte Säure, da hierbei die Analysenwerte weniger streuten. Da außerdem festgestellt wurde, daß sich phosphorhaltige Lösungen schlechter extrahieren lassen als phosphorfreie, bauten wir unser Lösungsverfahren auf der Basis Perchlorsäure auf (abgesehen von den auf S. 406 angegebenen Sonderfällen).

Mit 2,2′-Dichinolyl bildet nur das einwertige Kupfer einen gefärbten Komplex. Das Kupfer muß also vor der Extraktion zur einwertigen Stufe reduziert werden. Als Reduktionsmittel sind einerseits Hydroxylaminhydrochlorid[1,4], andererseits Schwefeldioxid allein[3] oder in Verbindung mit zweiwertigem Eisen[6] in Gebrauch. Die vollständige Reduktion erfordert meist längeres Erhitzen oder Kochen[1,3,6]. Viel einfacher kommt man mit Ascorbinsäure als Reduktionsmittel zum Ziel, die sich in unserem Laboratorium bereits seit Jahren für eine Reihe colorimetrischer Verfahren vorzüglich bewährt hat.

Das Kupfer wird bei dem Dichinolylverfahren in Amylalkohol ausgeschüttelt. Die Phasentrennung und Klärung kann dabei mit Scheidetrichter und Papierfilter oder durch Zentrifugieren erfolgen. Beides ist

aber recht umständlich und schließt Geruchsbelästigung und auch gesundheitliche Unstimmigkeiten durch die Amylalkoholdämpfe nicht

Tabelle 2

Lfd. Nr.	Standardproben	Hauptbestandteile (abgerundet) % Cr	% Ni	% Mo	% W	% Co	%	Standard. Cu-Gehalt %	nach der endgültigen Vorschrift gefunden (Einzelwerte) % Cu*		Einwaage g
1	AKP Stahl 7							0,273	0,271	0,273	0,1
2	AKP S 8							0,141	0,133		0,1
									0,133		0,1
									0,136		0,1
3	AKP Stahl 10	1						0,200	0,206		0,1
									0,204	0,204	0,1
4	AKP Stahl 11							0,131	0,136		0,1
									0,137		0,1
									0,135		0,1
5	AKP Stahl 12							0,147	0,154		0,1
									0,155		0,1
6	AKP Stahl 13							0,099	0,100		0,1
									0,102	0,102	0,1
7	AKP CrMnMo-NiTi 1	18	12	2			1 Mn, 1 Si	0,118	0,121	0,121	0,1
									0,118		0,1
8	AKP CrCoMoVW 1	4		1	10	3	2 V	0,201	0,192	0,191	0,1
									0,191		0,1
9	NBS 55 d							0,056	0,057	0,056	0,1
10	NBS 33 d		4				1 Mn	0,123	0,123	0,123	0,1
11	NBS 50 c	4			18		1 V	0,079	0,076	0,078	0,1
12	NBS 153	4		8	2	8	2 V	0,099	0,099	0,099	0,1
13	NBS 101 d	19	9				1 Mn	0,184	0,184		0,1
14	NBS 10 g						1 Mn	0,008	0,008	0,010	0,1
15	NBS 16 d							0,052	0,053	0,054	0,1
16	NBS 125 a						3 Si	0,084	0,084	0,083	0,1
17	NBS 133 a	13					1 Mn	0,118	0,119	0,117	0,1
18	BCS 149/I							<0,001	0,001	0,001	0,1
19	BCS 149/I							<0,001	0,0003	0,0003	1
20	BCS 272							0,015	0,0167	0,0163	1
21	NBS 111 b		2				1 Mn	0,028	0,0275	0,0272	1
22	NBS 161	17	64				1 Mn, 2 Si, 15 Fe	0,045	0,044	0,043	0,1
23	NBS 168	20	20	4	4	41	2 Mn, 3 Fe **	0,035	0,034	0,036	0,1
24	NBS 169	20	77				1 Si, 1 Fe	0,015	0,014	0,015	0,1
25	BCS 280	1					80 Mn, 2 Si	0,04	0,037	0,037	0,1

* Nebeneinanderstehende Werte entstammen aus einer Einwaage; untereinanderstehende Werte entstammen aus getrennten Einwaagen.

** 1 Si, 3 Nb, 1 Ta.

aus. Wir griffen daher die Anregung von Steele[7] auf, der eine einfache Vorrichtung zur Abtrennung von Lösungsmitteln beschreibt, die leichter

als Wasser sind. In etwas abgewandelter Form (siehe unten) leistet die Anordnung sehr gute Dienste.

Im ganzen erfolgt die Kupferbestimmung demnach so, daß man die Lösung der Probe nach Reduktion mit Ascorbinsäure mit einer Lösung von 2,2′-Dichinolyl in Amylalkohol ausschüttelt und die Farbintensität der organischen Phase mißt. Bei einer Wellenlänge von etwa 530 nm ist das Beersche Gesetz streng erfüllt. Das Verfahren ist anwendbar für *sämtliche Stähle, ferner für Nickel, Kobalt, Mangan, Wolfram und Titan sowie für die entsprechenden Ferrolegierungen.* Belege dafür bilden die in Tab. 2 unter Nr. 1—18 und 25 sowie in Tab. 1 unter Nummer 29—33 zusammengestellten Analysenergebnisse.

Bei den Legierungen mit geringem Eisengehalt (NBS 161, 168 und 169), ferner bei Chrom, Ferrovanadin und Ferromolybdän zeigten sich bei obiger Arbeitsweise Minderbefunde. Durch systematische Veränderungen der Ascorbinsäuremenge oder/und einen Zusatz von Eisen in Form von Eisen(II)-chlorid, wie er von Leeb u. Hecht[6] angewandt wurde, konnten sämtliche Störungen beseitigt werden. Die diesbezüglichen Versuchsergebnisse sind in Tab. 1 aufgeführt. Bei eisenarmen Legierungen (Nummer 26—28) wurden die Minderbefunde allein durch Erhöhung des Eisengehaltes ausgeschaltet. Bei Chrom reichte die alleinige Erhöhung des Reduktionsmittels nicht aus. Auch hier war ein Eisenzusatz notwendig. Das Ferrovanadin reagierte sehr eigenartig. Eine Erhöhung der Ascorbinsäuremenge ließ den Minderbefund an Kupfer noch weiter ansteigen. Zum richtigen Ergebnis führte ein beträchtlicher Eisenzusatz, der jedoch nicht zu groß werden durfte. Bei Ferromolybdän und Molybdänmetall genügte allein die Erhöhung des Reduktionsmittels,während sich ein zu großer Eisenzusatz ungünstig auswirkte. Die Untersuchung von analysenreinem Ammoniummolybdat (Tab. 1, Nummer 38) zeigte, daß Molybdän die Kupferbestimmung nicht stört.

Bei 100 mg Einwaage lassen sich Kupfergehalte bis etwa 0,4% mit einer Genauigkeit von $\pm 0{,}002\%$ für eine Einzelbestimmung analysieren. Wird bei Eisen und Stählen mit weniger als 0,04% Kupfer eine größere Genauigkeit gefordert, so erhöht man die Einwaage auf 1,0 g, bringt nach dem Lösen in Salpeter- oder/und Salzsäure mit 10 ml Perchlorsäure zum Rauchen und verfährt weiter wie in den anderen Fällen. Auf diese Weise sind in Tab. 2 unter den Nummern 19—21 drei Stähle und Eisenproben analysiert worden.

Experimenteller Teil

Extraktionsvorrichtung

In der Mitte des Verschlußstopfens einer handelsüblichen 100 ml-Enghals-Polyäthylenflasche wird ein Loch gebohrt, durch das ein 20 mm langes Polyäthylenrohr (von einer Kunststoff-Spritzflasche, 6 mm Durchmesser) genau zur Hälfte

stramm eingepaßt wird. Von außen wird ein im spitzen Winkel von 45 Grad gebogenes Capillarrohr (Schenkellänge je 40 mm, Innendurchmesser 1 mm), dessen Enden nur leicht verschmolzen sind, zur Hälfte in das Polyäthylenrohr stramm eingeschoben. Zur Filtration der organischen Phase wird in das andere Ende des Polyäthylenrohres ein kleiner Wattepfropfen mit einer Pinzette eingeschoben, der nach jedem Gebrauch zu erneuern ist. Nachdem sich die organische Phase von der wäßrigen getrennt hat und der mit dem Capillarrohr versehene Verschluß auf die Flasche aufgeschraubt ist, wird diese mit einer einfachen Stativklammer unter Umständen unter Zuhilfenahme einer Hand zusammengedrückt. Nach Verdrängung der überstehenden Luft fließt die organische Phase aus dem Capillarrohr. Die Reinigung der Flasche erfolgt durch gründliches Spülen mit Wasser, dann mit Methanol und zuletzt mit dest. Wasser.

Reagentien

Wasser. Es empfiehlt sich, für sämtliche Arbeiten nur vollentsalztes, durch Ionenaustauscher hergestelltes Wasser zu benutzen. Normales, aus kupferhaltigen Destillierblasen gewonnenes dest. Wasser kann beträchtliche Kupfermengen enthalten. Damit wird der Blindwert unnötig in die Höhe getrieben. Wir benutzen normales dest. Wasser, das noch nach der Destillation durch einen kleinen handelsüblichen Mischbettaustauscher hindurchläuft, um die letzten Reste an Ionen (besonders Cu^{2+} und NH_4^+) zu entfernen. Diese Austauschersäule braucht erst nach einigen Monaten erneuert zu werden.

Ascorbinsäurelösung. 20 g Ascorbinsäure werden in 1 l frisch dest. Wasser gelöst. Die Vorratslösung wird unter einer Schutzgasatmosphäre (Wasserstoff, Stickstoff) aufbewahrt und ist dann wochenlang haltbar.

Ammoniumcitratlösung. 100 g Citronensäure (chemisch rein) werden in 50 ml Wasser gelöst und mit konz. Ammoniak bis zur schwach alkalischen Reaktion versetzt. (Diese Lösung verwenden wir zur Maskierung bei der cyanometrischen Nickelbestimmung.) Ein Volumenteil dieser Lösung wird mit 2 Volumenteilen Wasser verdünnt.

Natriumacetatlösung. 40 g krist. Natriumacetat werden in 100 ml Wasser gelöst.

2,2′-Dichinolyllösung. 0,05 g 2,2′-Dichinolyl werden in 100 ml Amylalkohol (bei etwa 60° C im Wasserbad) gelöst.

Eisen(II)-chloridlösung. 35 g Eisen(II)-chlorid p.a. ($FeCl_2 \cdot 4\,H_2O$) werden in 950 ml Wasser und 5 ml Salzsäure (1,19) gelöst.

Durchführung der Analyse

Lösen der Probe. 100 mg der Probe werden in einem 100 ml-Meßkolben in wenig Salpetersäure oder einer Mischung von Salz- und Salpetersäure, unter Umständen unter Mitwirkung von einigen Tropfen Flußsäure, gelöst und zur Vertreibung der störenden Salpetersäure nach Zusatz von 5 ml konz. Perchlorsäure bis zum starken Rauchen eingeengt. Nach dem Abkühlen wird mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt und gemischt. Auf diese Weise lassen sich *sämtliche Stähle, Legierungen auf Nickel-Kobalt-Basis sowie Chrom, Kobalt, Nickel, Mangan, Titan und deren Ferrolegierungen* lösen.

Bei *Molybdän, Vanadium und deren Ferrolegierungen* ist diese Probenvorbereitung praktisch nicht möglich, da heftig stoßende Ausfällungen beim Rauchen mit Perchlorsäure eintreten. Diese Materialien werden daher in 5 ml Salpetersäure (1 + 1) gelöst und nach dem Zusatz von 5 ml Salzsäure vorsichtig mit 5 ml Ameisensäure in der Wärme zur Zerstörung der Salpetersäure versetzt. Nach dem Verkochen der Ameisensäure wird die Lösung abgekühlt und der Meßkolben bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt.

Für *Wolframmetall* und *Ferrowolfram* eignet sich das nachfolgende Lösungsverfahren: 100 mg des gepulverten Materials werden in einem Platintiegel mit 2,5 ml Salpetersäure (1 + 1) und 0,5 ml Flußsäure in 1—2 min gelöst. Die Probe wird dann mit wenig Wasser in einen 100 ml-Meßkolben übergespült, mit 5 ml Salzsäure und in der Siedehitze vorsichtig mit 5 ml Ameisensäure versetzt. Wenn die Ameisensäure verkocht ist (kein Schäumen mehr), wird die Lösung abgekühlt und der Kolben bis zur Marke aufgefüllt. Die hier und auch bei Wolframstählen entstandene Ausfällung von Wolframsäure braucht vor der Weiterverarbeitung nicht abfiltriert zu werden, da sie den weiteren Analysengang nicht stört. Die Ausfällung löst sich bei der späteren Neutralisation der citrathaltigen Lösung weitgehend auf. Die restliche Wolframsäure verbleibt bei der Extraktion in der wäßrigen Phase.

Extraktion und Messung des Kupferkomplexes. 25 ml (entsprechend 25 mg der Probe) aus dem 100 ml-Lösungs-Meßkolben werden in die S. 405 beschriebene 100 ml-Enghals-Polyäthylenflasche pipettiert. Nach dem Zusatz von 5 ml Ascorbinsäure und 5 ml Ammoniumcitratlösung wird mit verdünntem Ammoniak (1 + 4) bis zu einem p_H-Wert zwischen 5,5 und 7,0 neutralisiert. (Dies geschieht am besten mit einer Tropfflasche, da bei Anwendung der gleichen Lösungssäure stets dieselbe Tropfenzahl zur Neutralisation verbraucht wird. Die Endkontrolle erfolgt mit Spezial-p_H-Papier.)

Bei *Stählen* unter 50% Eisen sowie *Legierungen auf Nickel-Kobalt-Basis* sind vor dem Zusatz der Ascorbinsäure noch 2,5 ml Eisen(II)-chloridlösung zuzusetzen.

Bei *Chrommetall* und *Ferrochrom* wird die Probe vor dem Ascorbinsäurezusatz mit 2,5 ml Eisen(II)-chloridlösung und statt 5 ml mit 10 ml Ascorbinsäurelösung versetzt.

Bei *Molybdänmetall* und *Ferromolybdän* wird die Ascorbinsäuremenge auf 10 ml erhöht.

Bei *Vanadium* und *Ferrovanadin* setzt man vor den 5 ml Ascorbinsäurelösung noch 10 ml Eisen(II)-chloridlösung hinzu.

Nun werden 2 ml Natriumacetatlösung, das zu 50 ml Lösung fehlende Volumen an Wasser und mit einer Pipette genau 10,0 ml 2,2′-Dichinolyllösung zugegeben. Nach dem Verschließen mit einer Kunststoffschraubkappe wird die Polyäthylenflasche 2 min kräftig geschüttelt. (Wegen der Unzerbrechlichkeit des Kunststoffes lassen sich bei Serienanalysen eine größere Anzahl von Flaschen in einem geeigneten Karton verpackt gleichzeitig schütteln.) Die sich nach einigen Minuten oben absetzende Amylalkoholschicht wird nach Austausch des Verschlusses gegen den mit dem gebogenen Capillarrohr in der oben geschilderten Weise durch einen Wattepfropfen in eine 1 cm-Küvette (bei uns genau 1,002) gedrückt, die mit einem Deckel verschlossen wird. Die Messung des Durchlaßgrades, der anschließend an Hand einer Tabelle in Extinktion umzuwandeln ist, erfolgt mit dem Filtercolorimeter „Elko II" der Fa. Carl Zeiß, Oberkochen/Wttbg. unter Verwendung des Filters S 53 E gegen eine Chemikalienblindprobe. Die Eichkurve wird mit Elektrolytkupfer oder mit Standardproben aufgestellt und folgt streng dem Lambert-Beerschen Gesetz. Man kann daher auch auf die graphische Auswertung verzichten und den Kupfergehalt mit der Formel:

$$\% \text{ Cu} = \text{Extinktion} \cdot 0{,}3985$$

berechnen.

Bei der Serienbestimmung wenden wir das folgende bewährte Verfahren an: Nach der Messung wird zur Entfernung des Amylalkohols des Capillarrohr in die Küvette eingetaucht und gleichzeitig die Stativklammer gelockert. Durch den entstehenden Unterdruck in der Polyäthylenflasche wird der Amylalkohol aus der Küvette wieder restlos in die Flasche zurückgesaugt, wobei sich zum Schluß das Capillarrohr in der tiefsten der unteren 4 Ecken der Küvette befindet. Beim

Zurücksaugen wird der Wattepfropfen meistens von selbst aus dem Röhrchen herausgedrückt; ansonsten hilft man mit einer Pinzette nach. Bevor die Verschlußkappe mit dem Capillarrohr ab- und auf eine neue Polyäthylenflasche aufgeschraubt wird, stellen wir die Küvette zum weiteren Auslaufen mit der Öffnung nach unten auf ein Blatt Filtrierpapier. Ohne die Küvette oder das Capillarrohr zu spülen, wird sie (nach Einsetzen eines neuen Wattepfropfens) sofort anschließend mit neuer Lösung gefüllt. Auch bei Proben mit stark wechselnden Kupfergehalten konnten bei dieser Arbeitsweise keine Fehler festgestellt werden.

Zusammenfassung

Das bekannte Verfahren zur colorimetrischen Bestimmung von Kupfer durch Extraktion mit 2,2′-Dichinolyl wird in seiner Anwendung auf Stähle, Legierungen auf Nickel-Kobalt-Basis sowie deren Zusätze bei der Erschmelzung weiter vereinfacht und beschleunigt. Die bisher übliche und längere Zeit erfordernde Reduktion durch Hydroxylaminhydrochlorid oder Schwefeldioxid entfällt durch die Anwendung von Ascorbinsäure. Mit dem Einsatz einer Extraktionsflasche aus Polyäthylen wird die Abtrennung und Reinigung der organischen Phase sehr erleichtert. Durch diese Verbesserungen ist die genaue Bestimmung des Kupfers in einem Bereich von 0,001—0,4% in 30—50 min, je nach Löslichkeit des Materials, möglich. Wegen gesundheitlicher Gefährdung durch den Amylalkohol können wir dieses Verfahren nur bedingt für Serienanalysen im Routinebetrieb empfehlen. Für besondere Fälle, die eine große Genauigkeit verlangen wie für Schiedsanalysen oder für die Standardisierung von Kontrollproben, stellt das beschriebene Bestimmungsverfahren neben seiner großen Genauigkeit auch in Hinblick auf den geringen Arbeits- und Zeitaufwand einen echten Fortschritt dar.

Herrn J. Brinkmann sei für die gewissenhafte Durchführung der Versuche herzlich gedankt.

Literatur

[1] British Standard 1121: Part 36: 1956; s. auch: J. Iron Steel Inst. **182**, 301 (1956). — [2] Elliott, C. R., P. F. Preston und J. H. Thompson: Analyst **84**, 237 (1959); vgl. diese Z. **172**, 391 (1960). — [3] Elwell, W. T.: Analyst **80**, 508 (1955); vgl. diese Z. **151**, 38 (1956). — [4] Guest, R. J.: Analyt. Chemistry **25**, 1484 (1953); vgl. diese Z. **143**, 45 (1954). — [5] Haywood, L. J. A., u. P. Sutcliffe: Analyst **81**, 651 (1956); vgl. diese Z. **157**, 125 (1957). — [6] Leeb, A. J., u. F. Hecht: diese Z. **168**, 101 (1959). — [7] Steele, T. W.: Analyst **85**, 153 (1960); vgl. diese Z. **178**, 289 (1960).

H.-J. Gräbner,
Chemisches Laboratorium der Stahlwerke Bochum AG, Bochum, Castroper Str. 228

Aus dem Forschungslaboratorium der H. Römmler G.m.b.H.,
Groß-Umstadt/Odenwald
(Leitung Dr. phil. G. B. von Hartmann)

Die Bromaufnahme von Phenolen, Phenolalkoholen und Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten

Von
K. Probsthain

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 15. März 1961)

Bei der Einwirkung von Brom auf Phenole in saurer wäßriger Lösung werden im Regelfall sämtliche Kernwasserstoffatome in Ortho- und Parastellung zur phenolischen Hydroxylgruppe durch Brom substituiert. Das ist die Grundlage der von Koppeschaar[12] eingeführten maßanalytischen Methode zur Phenolbestimmung. Bei anderen Phenolen, z.B. bei o- und p-Kresol, treten Abweichungen von der Regel auf, die meistens durch einen anomal hohen Bromverbrauch gekennzeichnet sind[19,22,27,29] und sich nur in günstigen Fällen durch milde Reaktionsbedingungen vermeiden lassen[3,4]. Die Bromierung komplizierter Gemische von Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten führt man daher am besten als Konventionsmethode aus, und zwar unter Bedingungen, unter denen die Bromaufnahme in die Nähe eines Grenzwertes rückt. Dies ist schon im Hinblick auf das Verhalten von funktionellen Gruppen wichtig, die erst bei energischer Einwirkung von Brom substituiert werden. Im Falle der für die Phenolharzchemie besonders interessanten Methylolgruppe $-CH_2OH$ konnte Francis[2] am Saligenin (o-Methylolphenol) auf nicht näher beschriebene Weise zeigen, daß als Nebenprodukt Formaldehyd entsteht. Über den quantitativen Verlauf dieser Reaktion wurden bisher lediglich aus dem Bromverbrauch des Saligenins[2,27,29], des p-Methylolphenols und von in Parastellung alkylierten o,o′-Dimethylolphenolen (z.B. von p-Kresoldialkohol)[27] Schlüsse gezogen. Dagegen ist noch kein Versuch bekanntgeworden, anschließend an die Bromierung den abgespaltenen Formaldehyd quantitativ zu bestimmen. Die Untersuchung dieser im Hinblick auf eine etwaige Methylolgruppenbestimmung wichtigen Möglichkeit ist ein Teilziel der vorliegenden Arbeit.

Eine weitere Aufgabe ist es, zu prüfen, ob die Bromaufnahme trotz der aus der Literatur bekannten Unregelmäßigkeiten als Maß der Polykondensation in Phenol-Formaldehydharzen dienen kann. In der Praxis

ist schon vielfach so verfahren worden. Teils wurde dabei die Bromaufnahme nur als Kenngröße benutzt[9,16,17,20,21] und teils wurde sie als Zahl der brückenbindungsfreien Ortho- und Parastellen je Phenolkern gewertet[30,32]. Da man in den meisten Fällen kein besseres Kriterium des Polykondensationsgrades findet, erschien es lohnend, diese Hypothese auf ihre Anwendbarkeit zu prüfen, indem die Bromaufnahme einer weiteren möglichst sicheren analytischen Aussage gegenübergestellt wird.

Formaldehydabspaltung aus Phenolalkoholen durch Brom

Für die quantitative Bestimmung des bei der Bromierung von Phenolalkoholen abgespaltenen Formaldehyds kommen die meisten der zahlreichen bekannten Formaldehydbestimmungsmethoden nicht in Betracht. Nur einige Varianten der von Ripper[25] eingeführten Arbeitsweise (siehe Tab. 1) boten Aussicht, für diesen Zweck geeignet zu sein. Gemeinsam ist diesen Verfahren, daß der Formaldehyd mit einem Sulfitüberschuß umgesetzt und der Sulfitverbrauch jodometrisch bestimmt wird, und zwar entweder durch Zurücktitrieren des Überschusses im sauren Bereich oder durch Zersetzung der Formaldehyd-Hydrogensulfitverbindung bei höherem p_H. Die Rücktitration des Sulfitüberschusses ist im Anschluß an die Bromierung nicht möglich, da die Autoxydation der schwefligen Säure in Anwesenheit von Halogenidionen katalytisch beschleunigt wird[11]. Bei den anderen Verfahren wird der Sulfitüberschuß vor der eigentlichen Titration in essigsaurer Lösung mit Jod zerstört. Am einfachsten kann man dann die in sodaalkalischer Lösung abspaltbaren Sulfitionen der Formaldehyd-Hydrogensulfitverbindung direkt mit Jod titrieren[1,8]. Diese sonst sehr brauchbare Methode versagt jedoch oft bei der Untersuchung von Harzen, da bei der Titration kein scharfer Endpunkt erreicht wird. Die blaue Jodstärkefarbe verschwindet immer wieder nach ganz kurzer Zeit. Nach der von Schulek u. Maros[28] eingeführten Variante, bei der man die Zersetzung der Hydrogensulfitverbindung mit KCN in Sodalösung vornimmt, aber das Sulfit erst nach dem Ansäuern titriert, erhält man zwar scharfe Endpunkte, aber mitunter stark streuende Werte (z. B. bei der Untersuchung von o-Kresoldialkohol). Im alkalischen Medium, in dem die Bromierungsprodukte der Phenole ja löslich sind, reagieren diese also anscheinend weiter und stören so die Formaldehydbestimmung.

Wir versuchten daher, sämtliche Arbeitsgänge der Formaldehydbestimmung unter Vermeidung der alkalischen Reaktion durchzuführen. Bei p_H 7 ist der Dissoziationsgrad der Formaldehyd-Hydrogensulfitverbindung jedoch sehr gering, und die Gleichgewichtseinstellung erfolgt langsam. Wir ließen deshalb überschüssiges Jod längere Zeit in Gegenwart

Tabelle 1. *Varianten der jodometrischen Sulfitmethode zur CH_2O-Bestimmung $CH_2O + HSO_3^- \rightleftharpoons CH_2O \cdot HSO_3^-$*

pH	über 8	7—6	unter 5				
Einstellung und Lage des Gleichgewichts	schnell $\rightleftharpoons$	langsam $\rightleftharpoons$	sehr langsam $\rightarrow$	Sulfitüberschuß	Maßlösungen	Blindprobe	Äquivalentgewicht d. CH_2O
Literaturzitat							
Ripper[25]			Titration des SO_3^{2-}-Überschusses mit J_2	abgemessen	SO_3^{2-}, J_2	erforderl.	15
Parkinson u. Wagner[18]			indirekte Bestimmung des SO_3^{2-}-Überschusses mit J_2	abgemessen	SO_3^{2-}, J_2 $S_2O_3^{2-}$	erforderl.	15
Donally[1]; de Jong u. de Jonge[8]	Titration des abgespaltenen SO_3^{2-} in Ggw. von Na_2CO_3		Zerstörung des SO_3^{2-}-Überschusses mit J_2	beliebig	J_2	nicht erforderl.	15
Schulek u. Maros[28]	Umsetzung der Hydrogensulfitverb. mit KCN		Zerstörung des SO_3^{2-}-Überschusses mit J_2 Titration d. abgesp. SO_3^{2-} mit J_2 unter Pentan	beliebig	J_2	nicht erforderl.	15
diese Arbeit	vollst. Oxydation der Hydrogensulfitverb. m. J_2 + NaOH		Zerstörung des SO_3^{2-}-Überschusses mit J_2 Rücktitration des J_2-Überschusses	beliebig	J_2; $S_2O_3^{2-}$	nicht erforderl.	7,5
diese Arbeit		Oxydation d. abgesp. SO_3^{2-} mit übersch. J_2 in Ggw. von $NaHCO_3$	Zerstörung des SO_3^{2-}-Überschusses mit J_2 Rücktitration des J_2-Überschusses	beliebig	J_2; $S_2O_3^{2-}$	nicht erforderl.	15
Tomoda[31], Lea[13] (nur bei höheren Aldehyden anwendbar)		direkte od. indirekte Best. des abgesp. SO_3^{2-} mit J_2 in Ggw. von $NaHCO_3$	Zerstörung des SO_3^{2-}-Überschusses mit J_2	beliebig	J; J_2; $S_2O_3^{2-}$	nicht erforderl.	15

von Alkalihydrogencarbonat bei p_H 7 einwirken*. Nach einer ausreichenden Wartezeit wurde in der angesäuerten Lösung der Jodüberschuß mit Thiosulfatlösung zurücktitriert. In Abwesenheit von Phenolen liefert diese Methode ebenso gute Ergebnisse wie beispielsweise diejenige von Romijn[26] (siehe Tab. 2). Gibt man zu einer Formaldehydlösung bekannter Konzentration aber ein Phenol und bromiert die Lösung, so findet man je nach dem angewendeten Phenol verschiedene Werte, die aber erheblich näher zusammenrücken, wenn man einen mit dem betreffenden Phenol allein durchgeführten Blindversuch in der Rechnung berücksichtigt. Die so erhaltenen Werte liegen etwa 5—10% unter den Vergleichswerten der reinen Formaldehydlösung (siehe Tab. 3). Die Erklärung für diesen Fehlbetrag ist wohl darin zu suchen, daß Formaldehyd nicht nur in alkalischer, sondern auch in saurer Lösung von Brom bzw. Bromsäure oxydiert wird. Köszegi u. Salgó[10] haben diesen Vorgang sogar kürzlich zur quantitativen Bestimmung von Formaldehyd ausgenützt, wobei die Umsetzung allerdings bei 100° C noch 20 min benötigt. Aber auch bei Zimmertemperatur und einer Reaktionszeit von nur 10 min ist der Formaldehydverlust durch Oxydation mit Brom schon merklich, so daß man bei Abwesenheit von Phenol bei der Untersuchung von Formaldehydlösung stark streuende und stets erheblich zu niedrige Werte erhält, wenn man die Lösung vorher mit Brom behandelt hat. Ist ein Phenol zugegen, so wird die Oxydation des Formaldehyds durch die konkurrierende Bromierung des Phenols zurückgedrängt.

Eine weitere Nebenreaktion, die zu Formaldehydverlusten führt, ist die durch die Säure katalysierte Polykondensation der Phenolalkohole bzw. der Phenole mit Formaldehyd. Diese macht sich bei hohem Methylolgruppengehalt wesentlich stärker bemerkbar als bei niedrigem oder bei Anwesenheit äquivalenter Mengen freien Formaldehyds, weil erstens der Polykondensation die intermediäre Bildung von Methylolgruppen vorausgehen muß, und zweitens mit steigender Anzahl Methylolgruppen je Phenolkern deren Stabilisierung durch Wasserstoffbrückenbindung zur phenolischen OH-Gruppe nachläßt[7]. Die Folge davon ist eine Steigerung der Polykondensationsgeschwindigkeit.

In Übereinstimmung mit diesen Überlegungen nimmt der Anteil des aus den Methylolgruppen abspaltbaren Formaldehyds vom Saligenin über das 2,6-Dimethylolphenol zum 2,4,6-Trimethylolphenol von 89 auf 64% des theoretischen Wertes ab (siehe Tab. 3). Von den übrigen 4

* Wenn man nicht wie oben einen bestimmten p_H-Wert einhalten muß, kann man die Formaldehyd-Hydrogensulfitverbindung auch in stark alkalischer Lösung mit Jod zu Schwefelsäure und Ameisensäure oxydieren. Diese Arbeitsweise bietet gegenüber allen bekannten jodometrischen Verfahren den Vorteil, daß das Äquivalentgewicht des CH_2O nur halb so groß ist. Es wurde gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen anderer Methoden gefunden (siehe Tab. 2).

Tabelle 2. *CH_2O-Bestimmung in 37%iger Formaldehydlösung und in Paraformaldehyd nach verschiedenen Methoden*

Methode		Einwaage mg	Verbrauch 0,1 n J_2 ml	CH_2O %	Literaturzitat
		Formalin 37%ig			
Hypojodit		58,12*	13,98 ± 0,02	36,1	Romijn[26]
jodom. Sulfitmethode	indirekte Bestimmung des Sulfitüberschusses	103,4	24,94	36,2	Parkinson u. Wagner[18]
		103,7	25,22	36,5	
		13,48*	3,227 ± 0,001	35,9	(als Halbmikromethode abgewandelt)
	direkte Titration der Hydrogensulfitverb. in Ggw. v. Na_2CO_3	75,7	18,53	36,7	Donally[1]
		110,5	27,01	36,7	
	Abspaltung v. SO_3^{2-} durch KCN dir. Best. d. SO_3^{2-}	77,9	17,98	34,6	Schulek u. Maros[28] (jedoch ohne Verwendung von Pentan)
		107,8	25,10	34,9	
	Abspaltung von SO_3^{2-} durch KCN indir. Best. d. SO_3^{2-}	113,6	27,00	35,7	
		112,6	26,93	35,9	
	indir. Best. der Hydrogensulfitverb. in Ggw. von NaOH	25,09*	12,22 ± 0,33	36,5	diese Arbeit
	indir. Best. der Hydrogensulfitverb. in Ggw. von $NaHCO_3$	58,12*	14,00 ± 0,12	36,1	diese Arbeit
alkalim. Sulfitmethode		3265	38,40 ml n HCl	35,3	Lemme[14]
		3266	38,36 ml n HCl	35,2	
		Paraformaldehyd			
Hypojodit (Paraformaldehyd in 2 n Natronlauge gelöst, CH_2O-Verlust durch Cannizzaro-Reaktion!)		17,69*	10,91 ± 0,07	92,5	Romijn[26]
		19,41*	11,76 ± 0,04	90,9	
		23,99*	15,09 ± 0,01	94,4	
jodom. Sulfitmethode (Paraform. in schw. alkal. Sulfitlösung gelöst.	indirekte Best. der Hydrogensulfitverb. in Ggw. von NaOH	9,03*	13,36 ± 0,03	100,0	diese Arbeit
		8,90*	11,65 ± 0,03	98,2	
	direkte Titration in Ggw. von Na_2CO_3	22,24*	14,37 ± 0,01	96,9	Donally[1]
		22,58*	14,32 ± 0,02	95,3	

* Aliquoter Teil einer größeren Einwaage; jeweils mindestens 2 Bestimmungen.

untersuchten Phenolalkoholen fügen sich der p,p'-Dihydroxydiphenylmethantetraalkohol und der m-Kresoltrialkohol gut in diese Reihe ein, wobei der erste eine ähnliche Formaldehydausbeute wie 2,6-Dimethylolphenol liefert, während m-Kresoltrialkohol sich ähnlich wie Phenoltrialkohol verhält. Die beiden Dialkohole von o-Kresol und p-Kresol

Tabelle 3. *Freier CH_2O in bromierten Phenol-Formaldehydgemischen und durch Brom abgespaltener CH_2O aus Phenolalkoholen*

Substanz	CH_2O-Gehalt theoretisch %	%CH_2O gefunden nach Methode				CH_2O Ausbeute* % d. Th.
		Na_2CO_3	KCN	$NaHCO_3$ ohne Blindw.	$NaHCO_3$ mit Blindw.	
Formaldehyd 37%ig	36,1	18—30				50—83
Formaldehyd 1 Tl. + 5 Tle. Phenol	6,16	5,90	5,90			91,6
Formaldehyd + Phenol, Molverh. 2:1	36,1			33,55	34,10	94,5
Formaldehyd + m-Kresol, Molverh. 2:1	36,1			32,63	33,02	91,5
Formaldehyd + o-Kresol, Molverh. 2:1	36,1			38,14	33,63	93,2
Formaldehyd + p-Kresol, Molverh. 2:1	36,1			37,20	31,12	86,2
Saligenin	24,19	22,0	22,25	21,41		88,5
2,6-Dimethylolphenol	38,95		33,12	32,00		82,2
2,4,6-Trimethylolphenol	48,90		25,40	31,50		64,5
Dihydroxydiphenylmethantetraalkohol	37,50		22,93	30,07		80,2
o-Kresoldialkohol	35,72		10—23	32,98		92,3
p-Kresoldialkohol	35,72		2,8	7,7		21,5
m-Kresoltrialkohol	45,45		37,8	29,6		65,2
Salireton	0		0,2			

* Die Ausbeute bezieht sich jeweils auf die letzte ausgefüllte Spalte.

passen hingegen nicht in dieses Schema. o-Kresoldialkohol gab bis zu 100% schwankende Werte, wenn die bromierte Lösung vorübergehend alkalisch wurde (KCN-Methode), während unter Vermeidung der alkalischen Reaktion nur ein Fehlbetrag von 8% gegenüber dem theoretischen Wert beobachtet wurde ($NaHCO_3$-Methode). Bei der Bromierung von p-Kresoldialkohol wird nur sehr wenig Formaldehyd abgespalten, obwohl die Bromaufnahme dieser Verbindung etwa 83% des p-Kresols beträgt (nach RUDERMAN bis zu 86%). Hier zeigt sich also wieder eine Anomalie der in Ortho- bzw. Parastellung zur phenolischen OH-Gruppe alkylierten Phenole, wobei die Frage nach dem Wesen dieser Anomalie vorerst dahingestellt bleiben möge. Daß die Bromierung des p-Kresoldialkohols zu einem anderen Reaktionsprodukt führt als die des p-Kresols, ist augenfällig am Ausbleiben der Trübung bei der Umsetzung des Dialkohols mit Brom zu erkennen.

Dimethylenätherbrücken ($-CH_2OCH_2-$) liefern bei der Bromierung anscheinend keinen Formaldehyd, wie aus dem Verhalten des Saliretons hervorgeht, das allerdings nur in sehr geringer Menge zur Verfügung stand.

Die Bromaufnahme von Phenolalkoholen bzw. von Phenolen in Gegenwart von Formaldehyd

Nach dem, was im vorangehenden Abschnitt mitgeteilt worden ist, sollte man eigentlich erwarten, daß die Bromaufnahme von Phenolen in Gegenwart von Formaldehyd und besonders von Phenolalkoholen in keiner Weise mit der einfachen Annahme übereinstimmen könnte, die Bromierung erfolge unter Substitution der zum Phenolhydroxyl ortho-

Tabelle 4. *Bromaufnahme von Phenol-Formaldehydgemischen und von Phenolalkoholen*

Substanz	Bromaufnahme in Mol Brom/Mol Phenol	
	theoretisch	gefunden
Phenol	3,00	2,88 ± 0,02
Phenol + Formaldehyd Molverh. 1:2	3,00	2,90 ± 0,01
m-Kresol	3,00	2,99 ± 0,03
m-Kresol + Formaldehyd Molverh. 1:2	3,00	3,00 ± 0,02
o-Kresol	2,00	3,21 ± 0,03
o-Kresol + Formaldehyd Molverh. 1:2	2,00	3,28 ± 0,05
p-Kresol	2,00	2,63 ± 0,01
p-Kresol + Formaldehyd Molverh. 1:2	2,00	2,64 ± 0,01
Saligenin	3,00	2,93 ± 0,05
2,6-Dimethylolphenol	3,00	3,10 ± 0,01
2,4,6-Trimethylolphenol	3,00	2,97 ± 0,03
Dioxydiphenylmethantetraalkohol	4,00	4,01 ± 0,07
o-Kresoldialkohol	2,00	2,86 ± 0,15
p-Kresoldialkohol	2,00	2,27 ± 0,05
m-Kresoltrialkohol	3,00	2,89 ± 0,02
Salireton	4,00	3,94 ± 0,01

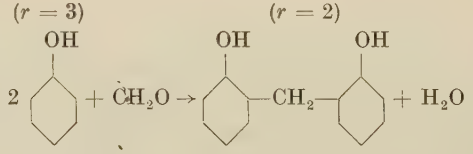
und paraständigen Wasserstoffatome und Methylolgruppen. Das Studium der Bromaufnahme einer Reihe reiner Phenolalkohole führte jedoch zu dem Ergebnis, daß überraschenderweise die Abweichungen der gefundenen von den unter dieser Annahme berechneten Werten nicht so erheblich sind, wenn man die Anomalie der o- bzw. p-Alkylphenole außer Betracht läßt (siehe Tab. 4). Es müssen sich daher die verschiedenen Nebenreaktionen weitgehend kompensieren. So führt die Oxydation von Formaldehyd zu einem Mehrverbrauch an Brom, während die Polykondensation einen Minderverbrauch bedingt. Da diese Kompensation auch bei den Trialkoholen eintritt, kann man annehmen, daß mit einem größeren Formaldehydverlust durch Polykondensation ein solcher durch

Oxydation gekoppelt ist. Dies erklärt sich aus der größeren Reaktionsfähigkeit der zweiten und besonders der dritten Methylolgruppe. Bei frisch bereiteten Mischungen von Formaldehyd mit Phenolen, bei denen annähernd der gesamte Formaldehyd in freier Form vorliegt, sind die Nebenreaktionen von verhältnismäßig geringer Bedeutung. Die Bromaufnahme liegt hier in der Regel geringfügig höher als die der Phenole selbst unter genau den gleichen Bedingungen (siehe Tab. 4). Daraus läßt sich schließen, daß die Oxydation gegenüber der Polykondensation etwas bevorzugt ist, wie man es auch erwarten sollte.

Die Bromaufnahme von Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten im Vergleich zur Wasserabspaltung

Die Übereinstimmung der gefundenen Bromaufnahme mit den berechneten Werten läßt sich an den einzelnen Komponenten eines Phenol-Formaldehydharzes nur feststellen, wenn man die zahlreichen möglichen Verbindungen isoliert hat. Abgesehen von den präparativen Schwierigkeiten würde dieses Verfahren aber doch nicht Rückschlüsse auf das Verhalten eines Harzes gestatten, da mit den heute zur Verfügung stehenden analytischen Methoden die Harzzusammensetzung nicht ermittelt werden kann. So könnte man auch nicht abschätzen, wie sich die Anomalien der Bromaufnahme einzelner Komponenten auf den Gesamtwert auswirken. Wir beabsichtigten daher, die Bromaufnahme des Harzes unmittelbar als Maß des mittleren Polykondensationsgrades zu untersuchen. Da bei der Polykondensation auf jede gebildete Brückenbindung (-CH_2- oder -CH_2OCH_2-) ein Molekül Wasser frei wird, läßt sich aus der Steigerung des Harzwassergehaltes der Abfall der Bromaufnahme in jedem Stadium für den Fall berechnen, daß diese quantitativ an den brückenbindungsfreien o- und p-Stellen der Phenolkerne erfolgt.

z. B.



Abnahme der Bromaufnahme: $\Delta r = -\Delta W \frac{2 \cdot M_p}{M_w \cdot P_o}$

ΔW = Zunahme des freien Wassers (%)
M_p = Molekulargewicht des Phenols
M_w = Molekulargewicht des Wassers
P_0 = Phenolgehalt der nicht reagierten Mischung (%).

Das freie Wasser kann recht genau nach der Karl-Fischer-Methode bestimmt werden. Hat das Harz aber durch die übliche Verwendung wäßriger Formaldehydlösung schon anfangs einen Wassergehalt von

etwa 40%, so reicht die Genauigkeit der Karl-Fischer-Methode nicht aus, um aus der Steigerung des Wassergehaltes um wenige Prozent den Polykondensationsgrad zu berechnen. Wir haben daher auf die schon von SPRUNG[30] gewählte Reaktion von Phenolen mit Paraformaldehyd in Gegenwart von Triäthanolamin zurückgegriffen. Dieses System hat anfangs einen Gehalt an freiem Wasser von 1—2%, der sich im Verlaufe der Polykondensation in homogener Phase auf etwa 8% erhöht.

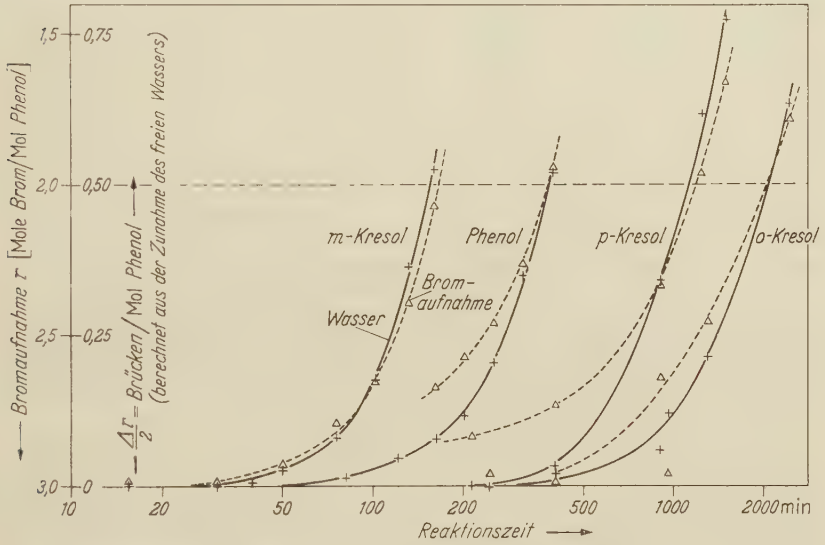


Abb. 1. Polykondensation von Phenolen mit Paraformaldehyd in Gegenwart von Triäthanolamin im Molverhältnis 1:2:0,1 bei 90°C

Auf dem Diagramm (Abb. 1) ist die Bromaufnahme dieser Reaktionsmischungen als Funktion der Reaktionszeit bei 90°C dargestellt. Zum Vergleich wurde für jeden Meßpunkt aus dem Gehalt an freiem Wasser nach der oben angegebenen Formel Δr — die theoretische Abnahme der Bromaufnahme — berechnet und auf dem Kurvenblatt eingetragen. Legt man einen mittleren Anfangswert von 3 Molen Brom je Mol Phenol zugrunde, so gelangt man zumindest in der Nähe des Wertes 2 Mole Brom je Mol Phenol zu einer guten Übereinstimmung der beiden jeweils entsprechenden Kurvenzüge. Man kann daher die Zeit, die bis zu diesem Punkt vergeht, als Maß der Polykondensationsgeschwindigkeit des betreffenden Phenols unter den gegebenen Bedingungen verwenden (siehe Tab. 5). Ebenso kann man bei der Untersuchung von Harzen verfahren, in denen die Wasserbestimmung nicht mit ausreichender Genauigkeit zur Kontrolle ausgeführt werden kann, da die Bestimmung der Bromaufnahme ohnehin im wäßrigen Medium erfolgt.

Tabelle 5. *Polykondensationsgeschwindigkeit von Phenolen mit Paraformaldehyd in Gegenwart von Triäthanolamin bei 90° C und einem Molverhältnis* Phenol:Formaldehyd:Triäthanolamin = 1:2:0,1

Phenolkomponente	Reaktionszeit bis zum Erreichen des gleichen Polykondensationsgrades; berechnet aus der				Polykondensationsgeschwindigkeit (Phenol = 1)
	Zunahme des freien Wassers		Abnahme der Bromaufnahme		
	min	log	min	log	
m-Kresol	155	2,19	166	2,22	2,45
Phenol	380	2,58	379	2,58	1,00
p-Kresol	1120	3,05	1190	3,08	0,34
o-Kresol	2100	3,32	2040	3,31	0,18

Experimenteller Teil

CH_2O-Bestimmung, jodometrische Sulfitmethode

Eine Probe, die ungefähr 0,7 (0,3)* mMol CH_2O enthalten soll, wird mit Wasser auf etwa 25 ml verdünnt und mit 2 (1) ml 1 m Na_2SO_3-Lösung versetzt. Nach Zugabe von 1—2 Tropfen einer 1%igen Methylrotlösung stellt man sofort mit Schwefelsäure auf Orange ein und wartet 7—10 min. Wird die Lösung inzwischen wieder gelb, so muß weiter Schwefelsäure zugetropft werden, bis die Farbe in Orange umschlägt. Danach werden 10 (5) ml 1 m Essigsäure zugegeben. Der Sulfitüberschuß wird mit Jodlösung oxydiert, wobei man die letzten Reste nach Zugabe von Stärkelösung durch tropfenweise Zugabe von 0,1 n Jodlösung zerstört. Die so behandelte Lösung enthält die Formaldehyd-Hydrogensulfitverbindung, die außer nach den bekannten Methoden nach folgenden Verfahren bestimmt werden kann:

1. ($NaOH + J_2$). Man läßt zu der Lösung genau 25 ml 0,1 n Jodlösung fließen, gibt 20 ml 2 n NaOH-Lösung zu und wartet 15 min. Dann säuert man die Lösung mit 5 ml Schwefelsäure (1:1) an und titriert den Jodüberschuß mit 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung zurück.

Berechnung: $\%\ CH_2O = (25—V) \cdot 0{,}75 \cdot 100/E$.

2. ($NaHCO_3$). Man gießt in die Lösung 50 ml 1 m $NaHCO_3$-Lösung und schwenkt gut um. Dann pipettiert man genau 25 ml 0,1 n Jodlösung ein, verschließt den Kolben und läßt unter gelegentlichem Umschwenken 40 min stehen. Danach säuert man mit 10 ml Schwefelsäure (1:1) vorsichtig an und titriert den Jodüberschuß mit 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung zurück.

Berechnung: $\%\ CH_2O = (25—V) \cdot 1{,}5 \cdot 100/E$.

CH_2O-Bestimmung anschließend an die Bromierung phenolischer Stoffe

Die Probe soll insgesamt etwa 0,7 mMol CH_2O frei und in Form von Methylolgruppen enthalten. Sie wird mit Wasser und nötigenfalls mit etwas Natronlauge klar in Lösung gebracht und auf 25 ml verdünnt. Dann fügt man ungefähr 25 ml (bei Anwesenheit von viel Phenol entsprechend mehr) 0,2 n Bromat-Bromidlösung dazu, die man durch Auflösen von 5,56 g $KBrO_3$ und 20 g KBr zu 1 l bereitet, und säuert unter Umschwenken mit 5 ml Schwefelsäure (1:1) an. Man wartet 10 min und schwenkt während dieser Zeit öfter kräftig um. Der Niederschlag der bromierten Phenole soll dabei gut ausflocken und sich möglichst von der klaren Lösung absetzen. Dann gibt man ungefähr 5 ml 10%ige KJ-Lösung dazu und reduziert das überschüssige Brom mit etwa 1 m Na_2SO_3-Lösung, bis sich die Flüssigkeit aufhellt.

* Die Zahlen in Klammern beziehen sich auf die Methode mit $NaOH + J_2$ als Oxydationsmittel.

Es kann auch ein schmutzig-grüngrauer Farbton auftreten. Dann fügt man noch 2 ml ungefähr 1 m Na_2SO_3-Lösung im Überschuß zu und neutralisiert erst mit 30%iger Natronlauge und dann tropfenweise mit 1 m Na_2CO_3-Lösung gegen Methylrot als Indicator. Darauf verfährt man weiter, wie es oben bei der zweiten Variante der jodometrischen Sulfitmethode zur CH_2O-Bestimmung beschrieben worden ist.

Bestimmung der Bromaufnahme

Eine Probe, die in 10 ml Lösung so viel phenolische Substanz enthalten soll, daß 1—1,5 mVal Brom verbraucht werden (z. B. 0,2 mMol Phenol, m-Kresol, Saligenin usw), wird mit genau 25 ml 0,1 n Bromat-Bromidlösung (2,784 g $KBrO_3$ + 12 g KBr auf 1 l Lösung) versetzt. Der Kolben wird mit einem eingeschliffenen Tropftrichter verschlossen und evakuiert. Nun läßt man 20 ml konz. Salzsäure einsaugen, wobei ein Eindringen von Luft vermieden werden soll. Die Mischung wird unter gelegentlichem Umschwenken 40 min stehen gelassen. Dann läßt man durch den Tropftrichter 10 ml 10%ige KJ-Lösung einsaugen, absorbiert die Bromdämpfe durch Umschwenken und wartet nochmals 10 min. Danach wird der Trichter mit wenig Wasser nachgespült, der Kolben geöffnet und das in Freiheit gesetzte Jod mit 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung titriert.

Berechnung:

$$\text{Bromaufnahme } r = \frac{(25 - V) \cdot M_{\text{Phenol}} \cdot 100}{2 \cdot 10 \cdot E \cdot P_0}.$$

V = Verbrauch an ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung; E = Einwaage in mg (in der Regel aliquoter Teil einer größeren Einwaage); M_{Phenol} = Molekulargewicht des betreffenden Phenols; P_0 = Gewichtsanteil des betreffenden Phenols an der Einwaage in %.

Untersuchte Verbindungen

Die Phenole waren als „reinst" bezeichnete Präparate der Fa. E. Merck, Darmstadt.

Die übrigen Verbindungen wurden papierchromatographisch nach der Methode von Reese[24] auf Reinheit geprüft.

Saligenin, Präparat der Fa. Dr. Theodor Schuchardt, München.

FP 82°C. (Lit. 86°C).

2,6-Dimethylolphenol FP 95°C (Lit. 95°C).

2,4,6-Trimethylolphenol FP 88—90°C (Lit. 75°C?).

Diese beiden Präparate wurden uns freundlicherweise von Herrn Dr. Reese, Chemische Werke Albert, Wiesbaden, zur Verfügung gestellt.

p,p'-Dihydroxydiphenylmethantetraalkohol, dargestellt nach Freeman[5] FP 144 bis 145°C (Lit. 144°C).

o-Kresoldialkohol, dargestellt nach Granger[6] FP 91,5°C (Lit. 93,5—94°C).

p-Kresoldialkohol, kristallisierte in reiner Form aus alkoholischen Lösungen der Kondensationsprodukte von p-Kresol und Formaldehyd im Molverhältnis 1:2 aus. Die derben Kristalle wurden mit Alkohol und Äther gewaschen und im Vakuum getrocknet. FP 128,5°C (Lit. 129°C).

m-Kresoltrialkohol, dargestellt nach Reese[23], FP 125°C (Lit. 137°C).

Salireton, dargestellt nach Martin[15], FP 121—122,5°C (Lit. 122—123°C).

Zusammenfassung

Es wird eine neue Variante der von Ripper[25] angegebenen jodometrischen Sulfitmethode ausgearbeitet, die eine quantitative Formaldehydbestimmung im Anschluß an die Behandlung der Probe mit Brom

ermöglicht. Die Formaldehydabspaltung bei der Bromierung einer Reihe Phenolalkohole in saurer wäßriger Lösung wird — was bisher noch nicht geschehen war — quantitativ untersucht. Hierbei zeigt sich, daß 2 Reaktionen auftreten, die beide zu Formaldehydverlusten führen, sich aber in ihrem Einfluß auf die Bromaufnahme der betreffenden Phenolalkohole kompensieren, nämlich die Oxydation von Formaldehyd zu Ameisensäure einerseits und der Einbau von Formaldehyd als Brücke zwischen den Phenolkernen andererseits. Diese Nebenreaktionen treten um so mehr hervor, je mehr Methylolgruppen je Phenolkern vorhanden sind. p-Kresoldialkohol verhält sich anomal, da er kaum Formaldehyd abspaltet. Dimethylenätherbrücken und Methylenbrücken liefern bei der Bromierung, wie zu erwarten, keinen Formaldehyd.

Obgleich also die Substitution der Methylolgruppen durch Brom nicht vollständig ist, entspricht die Bromaufnahme der Phenolalkohole annähernd dem einfachen Schema, daß Brom alle ortho- und paraständigen Stellen der Phenolkerne substituiert, die nicht durch Brücken oder Alkylgruppen besetzt sind. Ortho- und parastandige Alkylgruppen führen dabei allerdings, wie aus der Literatur bekannt ist, zu einer anomal hohen Bromaufnahme. Unter Berücksichtigung dieser Tatsache werden eingehende Untersuchungen an Harzen aus Phenolen und Paraformaldehyd in verschiedenen Stadien der Polykondensation durchgeführt. Es ergibt sich, daß die Bromaufnahme in einem gewissen Bereich ein Maß des mittleren Polykondensationsgrades von Phenolharzen darstellt. Ein Vergleich mit der Zunahme des freien Wassers in diesen Harzen ergibt gute Übereinstimmung zwischen der gefundenen und der berechneten Bromaufnahme.

Diese Arbeit wurde im Rahmen eines umfassenderen Forschungsprogramms, das der exakteren Erfassung der Kondensationsvorgänge dient, durchgeführt, und ich danke der Geschäftsführung der H. Römmler G.m.b.H. für die Erlaubnis zur Veröffentlichung. Ferner möchte ich meinem Mitarbeiter, Herrn D. Keller, für die Durchführung eines Teiles der Experimente danken.

Literatur

[1] Donally, L. H.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **5**, 91 (1933); vgl. diese Z. **97**, 217 (1934). — [2] Francis, A. W.: J. Amer. chem. Soc. **48**, 1631 (1926). — [3] Francis, A. W., u. A. J. Hill: J. Amer. chem. Soc. **46**, 2498 (1924). — [4] Francis, A. W., u. A. J. Hill: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **13**, 357 (1941). — [5] Freeman, J. H.: J. Amer. chem. Soc. **74**, 6257 (1952). — [6] Granger, F. S.: Ind. Engng. Chem. **24**, 442 (1932). — [7] Hultzsch, K.: Chemie der Phenolharze, Springer, Berlin 1950, S. 31. — [8] de Jong, J. I., u. J. de Jonge: Recueil Trav. chim. Pays-Bas **71**, 643, 890 (1952). — [9] Koebner, M.: Angew. Chem. **46**, 251 (1933). — [10] Köszegi, D., u. É. Salgó: diese Z. **164**, 320 (1958). — [11] Kolthoff, I. M.: Die Maßanalyse, Teil I, Springer, Berlin 1927, S. 220. — [12] Koppeschaar, W. F.: diese Z. **15**, 233 (1876). — [13] Lea, C. H.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **6**, 241 (1934); vgl. diese Z. **107**, 146 (1936). — [14] Lemme, G.: Chemiker Ztg. **37**, 896 (1903). — [15] Martin, R. W.: Analyt. Chemistry **23**, 883 (1951); vgl. diese Z. **136**, 220 (1952). — [16] Nordlander:

unveröffentlicht (s. Sprung[30]). — [17] Novák, J., u. V. Čech: Ind. Engng. Chem. **20**, 796 (1928). — [18] Parkinson, A. E., u. E. C. Wagner: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **6**, 433 (1934); vgl. diese Z. **106**, 68 (1936). — [19] Pence, C. M.: Ind. Engng. Chem. **4**, 518 (1912); vgl. diese Z. **52**, 582 (1913). — [20] Petrov, G., u. S. Smirnova: Prom. org. Chim. **3**, 153 (1937), s. N. J. L. Megson, Phenolic Resin Chemistry, London 1958. — [21] Petrov, G., S. Ustinov u. G. Krasovskaja: Prom. org. Chim. **2**, 135 (1936); vgl. Chem. Zbl. **1937** I, 1564. — [22] Redman, L. V., A. J. Weith u. F. P. Brock: Ind. Engng. Chem. **5**, 831 (1913); vgl. diese Z. **53**, 523 (1914). — [23] Reese, J.: Chem. Ber. **86**, 979 (1953). — [24] Reese, J.: Kunststoffe **45**, 137 (1955). — [25] Ripper, M.: Mh. Chem. **21**, 1079 (1900); vgl. diese Z. **41**, 61 (1902). — [26] Romijn, G.: diese Z. **36**, 18 (1897). — [27] Ruderman, I. W.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 753 (1946). — [28] Schulek, E., u. L. Maros: Acta chim. Acad. Sci. hung. **17**, 369 (1958); vgl. diese Z. **169**, 382 (1959). — [29] Sprung, M. M.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **13**, 35 (1941). — [30] Sprung, M. M.: J. Amer. chem. Soc. **63**, 334 (1941). — [31] Tomoda, Y.: J. Soc. chem. Ind. **48**, 76 (1929); vgl. diese Z. **89**, 453 (1932). — [32] Zowall, H.: Tworzywa (Kunststoffe) (Warschau) **3**, 213 (1958).

Dr.-Ing. Konrad Probsthain,
H. Römmler G.m.b.H., Groß-Umstadt/Odenwald, Hans-Böckler-Straße

---

Aus der anorganischen Abteilung des Chemischen Institutes der Universität Tübingen

Zur analytischen Trennung quecksilberorganischer Verbindungen des Typs R-Hg-Br

Von

Klaus Brodersen und Ulrich Schlenker

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 16. März 1961)

Im Rahmen unserer Arbeiten über die Konstitution von Quecksilber-Stickstoff- und -Kohlenstoff-Verbindungen[1–3,7] mußten Gemische aus Alkyl- und Aryl-quecksilber(II)-bromiden quantitativ getrennt werden. Bisher standen für diesen Zweck 2 Methoden zur Verfügung: die papierchromatographische Methode mit n-Butanol (gesättigt mit 1 n Ammoniaklösung) als Laufmittel von Kanazawa u. Mitarb.[4] und die Wasserdampfdestillation von Nefedov[5]. Die papierchromatographische Methode[4] eignet sich für die Trennung aliphatischer und aromatischer Verbindungen, während die Wasserdampfdestillation nur Gemische aus einer Alkylverbindung und Quecksilber(II)-salzen zu trennen erlaubt. Wir prüften zunächst, ob sich mit Hilfe der papierchromatographischen Methode[4] eine Trennung von Gemischen aus Organoquecksilber(II)-bromiden erreichen läßt, da die Wasserdampfdestillation[5] für unsere Untersuchungen ausschied.

1. Papierchromatographische Trennungen

Anfangs wurde mit dem von KANAZAWA u. Mitarb.[4] empfohlenen Laufmittel (n-Butanol mit 1 n Ammoniaklösung gesättigt) gearbeitet. Die Verf.[4] haben bisher nur die R_f-Werte von $C_6H_5HgOCOCH_3$ 0,39, C_6H_5HgCl 0,40, C_2H_5HgCl 0,27, $(C_2H_5Hg)_2HPO_4$ 0,27, $CH_3OC_2H_4HgCl$ 0,18, CH_3HgCl 0,17, und $HgCl_2$ 0,00 bei 27–28°C und andere R_f-Werte für diese Verbindungen bei 5—7°C beschrieben. Wir fanden bei 20°C mit dem gleichen Laufmittel die im ersten Teil der Tab. 1 angeführten R_f-Werte. Da einige uns interessierende Trennungen, z.B. die des C_6H_5HgBr vom p-$CH_3OC_6H_4HgBr$, auf diese Weise nicht gelangen, wurden andere Lösungsmittelgemische als Laufmittel versucht.

Die Anwendung eines Gemisches aus 15 Vol.-Teilen Tetrahydrofuran, 35 Vol.-Teilen n-Butanol und 20 Vol.-Teilen 1 n Ammoniaklösung ermöglichte die gewünschte Trennung des Phenylquecksilber(II)-bromids vom p-Methoxyphenylquecksilber(II)-bromid (siehe Tab. 1, 2. Teil). Die den R_f-Wert erniedrigende Wirkung des Ammoniaks übertrifft in diesem Falle die steigernde des Tetrahydrofurans.

Tabelle 1. *R_f-Werte von Alkyl- und Aryl-Quecksilber(II)-bromiden bei 20°C*

Laufmittel	Verbindung	R_f-Wert-Grenzen	R_f-Wert
n-Butanol mit 1 n Ammoniaklösung gesättigt	Br-Hg-Br	0,00	0,00
	CH_3-Hg-Br	0,10—0,20	0,15
	C_2H_5-Hg-Br	0,20—0.30	0,25
	nC_3H_7-Hg-Br	0,22—0,41	0,31
	nC_4H_9-Hg-Br	0,74—0,97	0,86
	$pCH_3OC_6H_4HgBr$	0,15—0,35	0,25
	C_6H_5-Hg-Br	0,26—0,43	0,35
	$pBrC_6H_4HgBr$	0,84—1,00	0,92
Tetrahydrofuran-n-Butanol-1 n-Ammoniak (15:35:20)	C_6H_5HgBr	0,00—0,03	0,01
	$pCH_3OC_6H_4HgBr$	0,17—0,36	0,27
Methylacetat-n-Butanol-2 n Ammoniak (47:40:13)	$pCH_3OC_6H_4HgBr$	0,19—0,32	0,26
$PO[N(CH_3)_2]_3$-n-Butanol-2 n Ammoniak (1:1:1)	C_6H_5HgBr	0,66—0,94	0,82
	$pCH_3OC_6H_4HgBr$	0,91—1,00	0,96

Weitere Untersuchungen über den Zusammenhang zwischen R_f-Wert und Laufmittelart (siehe Tab. 1, 3. und 4. Teil) zeigten am Beispiel des p-$CH_3OC_6H_4HgBr$, daß der Zusatz von Methylacetat keine, aber der von Phosphorsäuretrisdimethylamid eine positive Änderung des R_f-Wertes bewirkt. Keine Trennungen der in Frage kommenden Organoquecksilberbromide ließen sich erreichen durch eine Hydrophobierung des Papiers mit Paraffin, durch eine Hydrophylierung des Papiers mit

hydrolysiertem Aluminiumchlorid und durch Lösungsmittelgemische ohne Ammoniakgehalt, z. B. Methylacetat, n-Butanol, Wasser, Pyridin, Äthanol, Methanol, Eisessig und Benzol in sehr verschiedenen Mischungen[6].

Für alle diese Untersuchungen wurde das Papier Nr. 2043a der Fa. Schl. & Sch. verwendet. Zur Bestimmung der R_f-Werte wurden die Verbindungen mit ^{203}Hg radioaktiv markiert. Die Probelösungen wurden nicht als Punkte, sondern als Linien direkt auf der Startlinie des Chromatogrammes schnell aufgetragen. Durch

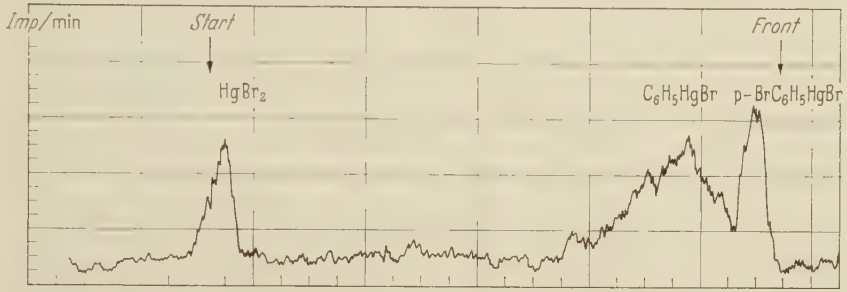


Abb. 1. Radiopapierchromatogramm von $HgBr_2$, C_6H_5HgBr und $p\text{-}BrC_6H_4HgBr$ (20° C, Laufmittel: Gleiche Volumenteile von Phosphorsäuretrisdimethylamid, n-Butanol und 2 n Ammoniaklösung)

eine Schlitzblende vor beiden Zählrohren des Radiopapierchromatographen der Fa. Frieseke & Höpfner, Erlangen-Bruck, von 3 mm Breite ließ sich die jeweils vorliegende Aktivität an jeder Stelle des Papierchromatogrammes ermitteln. In Verbindung mit einem Integratorgerät konnten die R_f-Werte aus den mit einem Schreiber aufgezeichneten Aktivitätsverteilungskurven auf den Papierchromatogrammen ermittelt werden.

Ein Beispiel einer derartigen Auswertung eines fertigen Chromatogrammes zeigt Abb. 1.

Zur schnellen Feststellung des R_f-Wertes dienten die Betrachtung der Chromatogramme unter der UV-Lampe oder das Besprühen mit alkoholischer Dithizonlösung. Es ließen sich jedoch noch geringere Mengen (bis zu etwa 10 μg) mit Hilfe der radioaktiv markierten Verbindungen unter Anwendung der obengenannten Meßanordnung erfassen als durch die UV-Fluorescenz oder durch Besprühen mit Dithizonlösung.

Wegen des hohen Dampfdruckes besonders von Methyl- und Äthylquecksilber(II)-bromid traten bei der Papierchromatographie Substanzverluste ein, die wegen der Giftigkeit dieser Verbindungeu und dem Ziel einer quantitativen Trennung die Anwendung der Papierchromatographie einschränken. Es lag daher nahe, auch die Möglichkeit einer gaschromatographischen Trennung zu untersuchen.

2. Gaschromatographische Trennungen

Die Trennung von Organoquecksilber(II)-bromiden auf gaschromatographischem Wege ist nach unserer Kenntnis noch nicht beschrieben worden.

Für unsere Versuche stand uns ein Beckman-Gaschromatograph GC-2 mit der Siliconöl-Kolonne „Sil 6ft." gefüllt mit „Dow Corning Silicone 550" zur Verfügung. Als Trägergas diente Wasserstoff, der mit 4,2 atm. Druck (60 psi) in die Apparatur eintrat. Die Kolonne wurde auf eine konstante Temperatur von 190° bzw. 220°C geheizt. Zur gaschromatographischen Trennung kamen je 50 µl etwa 10%iger Lösungen der Komponenten in Tetrahydrofuran oder gesättigte ätherische Lösungen zum Einsatz. Die Empfindlichkeit der Anzeige der Wärmeleitfähigkeitsmeßzellen, die als Detektoren dienen, wurde durch Beheizen mit 300 mA Stromstärke konstant gehalten.

Tabelle 2. *Retentionszeit von Alkylquecksilber(II)-bromiden*
[Beckman-Gaschromatograph GC-2, Sil 6′-Kolonne (D.C. 550)]

Verbindung	Kolonnentemperatur bei 60 psi H_2-Druck °C	Retentionszeit min
CH_3-Hg-Br	190	3,0
	220	1,7
C_2H_5-Hg-Br	190	5,6
	220	3,0
nC_3H_7-Hg-Br	190	6,2
	220	3,5
nC_4H_9-Hg-Br	190	9,4
	220	4,7

Die Versuche zeigten, daß bei den obengenannten Bedingungen Quecksilber(II)-bromid und die aromatischen Verbindungen des Typs R-Hg-Br (offenbar wegen zu geringen Dampfdruckes) nicht getrennt werden können. Die vom Lösungsmittel unabhängigen Retentionszeiten für die analogen aliphatischen Verbindungen sind in Tab. 2 zusammengefaßt.

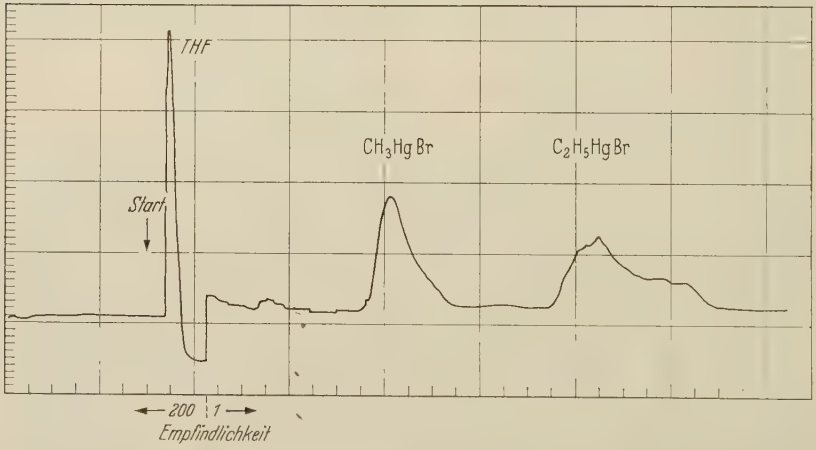


Abb. 2. Gaschromatogramm von CH_3HgBr und C_2H_5HgBr aus Lösung in Tetrahydrofuran bei 190°C [Beckman GC-2, Sil-b′-Kolonne (D.C. 550)]

Die Trennung der einzelnen Gemische ließ sich mit Hilfe radioaktiv markierter Verbindungen (^{203}Hg) überprüfen. Am Ende der Kolonne wurden dazu die einzelnen Fraktionen in auf −70°C gehaltenen Kühlfallen aufgefangen und die Aktivität des Kondensates bestimmt. Mit

Hilfe dieser Arbeitsweise ließen sich noch Gemische aus je etwa 1 mg Substanz quantitativ trennen. Abb. 2 zeigt eines der erhaltenen Gaschromatogramme.

Zusammenfassung

Gemische der Verbindungen R-Hg-Br mit R = Br, CH_3, C_2H_5, n-C_3H_7, n-C_4H_9, C_6H_5, p-$CH_3OC_6H_4$ und p-BrC_6H_4 wurden papierchromatographisch getrennt. Alle Laufmittel, welche eine Auftrennung der Gemische ermöglichten, enthielten Ammoniak als Komponente. Wegen des hohen Dampfdruckes der Alkylquecksilber(II)-bromide traten während der Anfertigung der Papierchromatogramme Substanzverluste ein. Die Gemische der aliphatischen Verbindungen ließen sich aber quantitativ mit Hilfe der Gaschromatographie an einer Siliconöl-Kolonne (D.C. 550) bei 190° bzw. 220° C mit Wasserstoff als Trägergas auftrennen.

Dem Verband der Chemischen Industrie-Fonds der Chemischen Industrie- und der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeiten. Herrn Prof. Dr. Eugen Müller und Herrn Prof. Dr. Walter Rüdorff danken wir für die Erlaubnis zur Benutzung von Institutsmitteln.

Literatur

[1] Breitinger, D.: Diplomarbeit Tübingen 1961. — [2] Brodersen, K.: Habilitationsschrift, Tübingen (1957). — [3] Brodersen, K., u. L. Kunkel: Z. anorg. allg. Chem. **298**, 34 (1959). — Brodersen, K., L. Kunkel u. G. Krauss: Chem. Ber. **93**, 375 (1960). — [4] Kanazawa, J., M. Aya u. R. Sato: J. agric. chem. Soc. Japan **31**, 872 (1957). — [5] Nefedov, W. D., Je. N. Šinotova u. N. Ja. Frolov: J. physik. Chem. U.d.S.S.R. **30**, 2356 (1956). — [6] Schlenker, U.: Diplomarbeit, Tübingen 1959. — [7] Schlenker, U.: Dissertation, Tübingen 1961.

Dozent Dr. K. Brodersen, Tübingen, Chem Inst. d. Universität, Wilhelmstr. 33

Lehrstuhl für analytische Chemie an der Universität Brno (Tschechoslowakei)

Reaktionen des Glyoxal-bis-(2-hydroxyanils) mit Seltenen Erden und Zinn(II)-salzen

Von

A. Okáč und **M. Vrchlabský**

(Eingegangen am 25. März 1961)

Glyoxal-bis-(2-hydroxyanil) (Abkürzung GBHA) reagiert in alkalischem Milieu mit Erdalkalimetallionen sowie mit zweiwertigen Metallionen (Cu^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}, Cd^{2+}, Zn^{2+}, Mn^{2+}, UO_2^{2+}) unter Bildung von farbigen Komplexen[1]. Die Reaktion des Calciums, bei der eine rote, in Amylalkohol extrahierbare Färbung entsteht, findet Verwendung zum Nachweis sowie zur Bestimmung kleiner Ca^{2+}-Mengen[2–4].

GBHA reagiert in alkalischem Milieu auch mit dreiwertigen Erdmetallionen, wobei rot bis rotviolette Färbungen entstehen, die in Amylalkohol oder in Chinolin extrahierbar sind. Die Lösungen entfärben sich in etwa 20 min, sie sind weniger beständig als die bei der Reaktion des Calciums gebildeten gefärbten Lösungen. Aus der Tabelle ist zu entnehmen, daß alle dreiwertigen Ionen der Seltenen Erden, die wir geprüft haben, positiv mit der Empfindlichkeit pD = 5 reagieren.

Tabelle

Ion	Färbung in alkalischem Medium	Extraktion in Amylalkohol	pD (Reagensglas)	pD (Tropfen)
Al^{3+}	—	—	—	—
Sc^{3+}	violettrot	rotviolett	4,8	3,8
Y^{3+}	rot	rotviolett	5,3	5,0
La^{3+}	rot	rotviolett	5,0	4,5
Ce^{3+}	rot	rotviolett	5,3	4,8
Nd^{3+}	rot	rotviolett	5,0	4,3
Er^{3+}	rot	rotviolett	5,0	4,5
Ga^{3+}	—	—	—	—
In^{3+}	violett	blauviolett	5,2	4,7
Tl^{+}	violette Trübung	schwach violett	3,0	3,0
Th^{4+}	rotviolett	—	4,0	3,9
Zr^{4+}	braunrot	—	2,4	2,4

Die negative Reaktion der Aluminiumionen in alkalischem Milieu ermöglicht es, die Ionen der Lanthaniden und die Sc^{3+}-, Y^{3+}-Ionen in Anwesenheit von Aluminiumsalzen nachzuweisen und zwar bis zum Grenzverhältnis La : Al = 1 : 100 mit der Empfindlichkeit pD = 4.

In der 3. Nebengruppe ist die Reaktion des Galliums negativ, die des Indiums positiv. Man kann In^{3+} neben Ga^{3+} bis zum Grenzverhältnis 1 : 50 gut nachweisen. Tl^{+}-Ionen verursachen eine schwach violette Trübung, die Reaktion ist mit pD = 3 wenig empfindlich.

Th^{4+} gibt rotviolette Lösungen oder Niederschläge, Zr^{4+} liefert mit kleinerer Empfindlichkeit braunrote Lösungen. Diese Färbungen sind aber in Amylalkohol nicht extrahierbar, so daß sie die Reaktionen der Seltenen Erden nicht stören.

Störend wirken oxydierende Ionen (Tl^{3+}, Ce^{4+}, Fe^{3+}, MoO_4^{2-}), die eine braungelbe in Amylalkohol extrahierbare Färbung hervorrufen, und Gold(III)-salze mit ihren dunkelgrünen kolloiden Lösungen.

Alle diese Reaktionen müssen auch beim selektiven Ca-Nachweis in Betracht gezogen werden.

In dem sauren Milieu von 2 n Salzsäure bleiben alle oben erwähnten Reaktionen aus. Nur Zinn(II)-salze bilden in diesem Medium mit GBHA intensiv violettblaue Lösungen und die Färbung ist in Chloroform oder in

Amylalkohol extrahierbar. Die Reaktion ist für Sn^{2+} spezifisch. Störend wirken nur Oxydationsmittel, die Sn^{2+} in nicht reagierende Sn^{IV}-Salze überführen.

Reagens. Zu 1 ml 0,01 m GBHA-Lösung in Äthanol gibt man 3 Tropfen 2 n NaOH-Lösung und nach dem Durchmischen 1 ml Chloroform. Die gelborange Reagenslösung enthält die ionisierte, zur Reaktion erforderliche Form von GBHA.

Zinn(II)-Nachweis. In einer kleinen Proberöhre versetzt man 1 ml der Probelösung mit 1 Tropfen konz. Salzsäure und gibt tropfenweise die frisch bereitete Reagenslösung zu. Die durch die Lösung fallenden Reagenstropfen färben sich in Anwesenheit von Sn^{2+} blau und sammeln sich in blauer Schicht am Boden des Reagensglases. Beim Durchschütteln wird die ganze Chloroformschicht beständig blau gefärbt. Die Empfindlichkeit entspricht pD = 4.

Beim Tüpfelnachweis setzt man einem Tropfen der Probe 1 Tropfen 2 n Salzsäure zu und beobachtet bei Anwesenheit von Sn^{2+} nach Reagenszugabe einen blauen Ring der Chloroformschicht (pD = 3,7).

Beim Tüpfeln auf Filterpapier verwendet man die alkalische Reagenslösung ohne Chloroform. Zu 1 Tropfen der Probenlösung gibt man 1 Tropfen 1 n Salzsäure, 1 Tropfen der frisch bereiteten Reagenslösung und zuletzt noch 1 Tropfen 1 n Salzsäure zum Entfärben des orangegelben Reagensüberschusses. In Anwesenheit von Sn^{2+} entsteht ein blauer Ring (pD = 3,5).

Bei der Sn^{2+}-Reaktion handelt es sich wahrscheinlich um einen Reduktionsvorgang; das blaue Reaktionsprodukt ist noch nicht bekannt.

Zusammenfassung

Glyoxal-bis-(2-hydroxyanil) (GBHA) reagiert in alkalischem Milieu mit den dreiwertigen Kationen der 3. Periodengruppe in ähnlicher Weise wie mit Erdalkalionen. Ausnahmen bilden Al^{3+} und Ga^{3+}, die nicht reagieren. Dies ermöglicht es, die Seltenen Erden neben Al^{3+} und In^{3+} neben Ga^{3+} nachzuweisen.

In salzsauren Lösungen reagiert GBHA spezifisch mit Sn^{2+} unter Bildung einer blauen, mit Chloroform extrahierbaren Färbung.

Literatur

[1] Bayer, E.: Chem. Ber. **90**, 2325 (1957). — [2] Goldstein, D.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 339 (1959); vgl. diese Z. **175**, 366 (1960). — [3] Goldstein, D., u. C. Stark-Mayer: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 437 (1958); vgl. diese Z. **169**, 123 (1959). — [4] Okáč, A., u. M. Vrchlabský: Mitteilung auf der III. Analytisch-Chemischen Konferenz in Prag am 1. IX. 1959; Collect. czechoslov. chem. Commun., im Druck.

Prof. Dr. A. Okáč,
Lehrstuhl für analytische Chemie an der Naturwiss. Fakultät Brno, Kotlářská 2 (ČSSR)

Aus dem Institut für Warenkunde der Universität Turin (Italien)

Gaschromatographie von Äthylendiamin- und Piperazinmischungen

Von
ANGELO CASTIGLIONI

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 29. März 1961)

Das Piperazin (Diäthylendiamin) löst sich in Äthylendiamin und das Bestimmungsproblem der beiden Amine in ihren Mischungen kann durch die Verteilungschromatographie in der Dampfphase leicht gelöst werden,

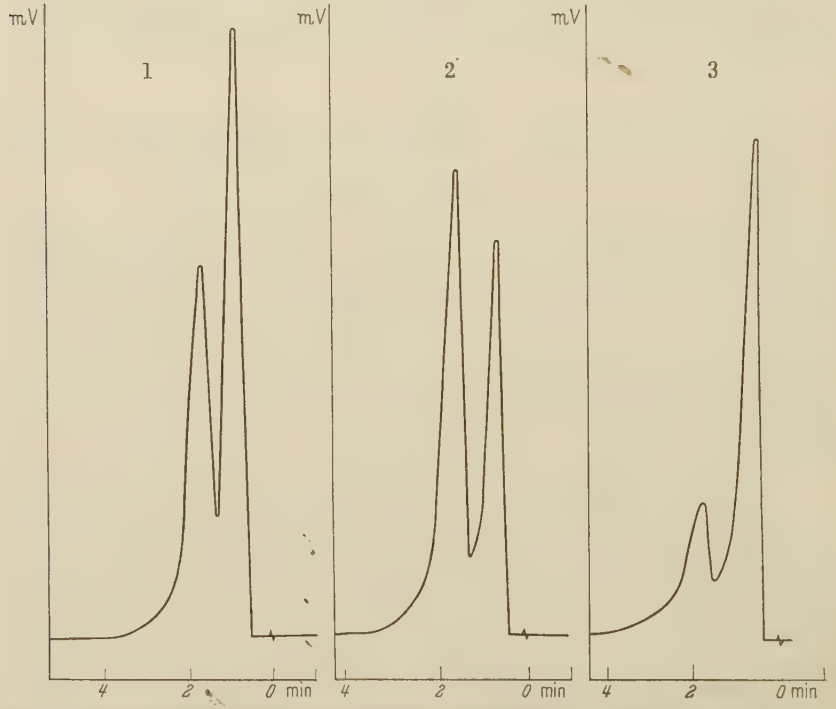


Abb. 1. Chromatogramme von Äthylendiamin-Piperazinmischungen. *1* Mischung von 58,50% Äthylendiamin und 41,50% Piperazin; *2* Mischung von 41, 34% Äthylendiamin und 58,66% Piperazin; *3* Mischung von 73,82% Äthylendiamin und 26,18% Piperazin

und zwar nach der von MARTIN u. SMART[1] angegebenen Methode zur Bestimmung von organischen Substanzen durch Verbrennung der im Ausfluß enthaltenen Stoffe und Messung des sich entwickelnden Kohlendioxids.

Der hierzu verwendete Apparat ist der „Fractovap" der Fa. Carlo Erba, Mailand, mit Einrichtung für hohe Temperaturen. Die Säule besteht aus Celit C 22, mit 25 Gewichtsprozent Apiezon L imprägniert und auf einer Temperatur von 105° C gehalten, während der Verbrennungsofen eine Temperatur von etwa 700° C hat. Als leitendes Gas wurde mit einer Geschwindigkeit von 3,5 l/Std strömender Stickstoff bei einem Druck von 0,4 mm Hg benutzt. Die im Chromatogramm (Abb. 1) erzielten Peaks sind deutlich getrennt. Zuerst fließt das Äthylendiamin (KP 108° C) aus, und dann das Piperazin (KP 145° C). Die Bestimmung wurde an verschiedenen Mischungen vorgenommen.

Tabelle

Äthylendiamin-Piperazinmischung Nr.	Gegeben %	Gefunden %
1	58,50	56,78
	41,50	43,22
2	41,34	41,54
	58,66	58,46
3	73,82	73,34
	26,18	26,66

Wenn man die Summe der Flächen zwischen den Kurven und der Grundlinie, die der bei der Verbrennung erzeugten Menge von Kohlendioxid proportional sind, auf 100 bringt, kann man den Prozentsatz der Substanzen berechnen, aus denen die zu prüfende Mischung besteht.

Die erhaltenen und in der Tabelle für einige Mischungen aufgeführten Daten sind sehr gut.

Literatur

[1] Martin, A. E., u. J. Smart: Nature (London) **175**, 422 (1955); vgl. diese Z. **148**, 128 (1955/56).

Prof. Angelo Castiglioni,
Institut für Warenkunde der Universität Turin Piazza Arbarello, 8 (Italien)

Aus dem Forschungsinstitut für Fernmeldetechnik, Budapest (Ungarn)

Spektrochemische Bestimmung von 18 Spurenelementen in Silicium[7]

Von
L. Vecsernyés

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 30. März 1961)

Die Halbleiterforschung und -industrie erfordert ein praktisches, analytisches Verfahren zur quantitativen Bestimmung der Spurenverunreinigungen in Silicium. Das analytische Verfahren soll die gleichzeitige Bestimmung von mehreren Spurenelementen ermöglichen, wenig Material benötigen, schnell auszuführen und höchst empfindlich sein.

Wir nahmen von vornherein an, daß diesen Forderungen praktisch nur die Spektralanalyse entsprechen könnte, deren Nachweisgrenzen im Konzentrationsbereich 10^{-7}—10^{-3} g Beimengung je Gramm Si liegen.

Über die Spektralanalyse des Siliciums stehen in der Literatur nur ziemlich mangelhafte Daten zur Verfügung. Die vor 1945 mitgeteilten Methoden sind in Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie zusammengefaßt. Auch einige neuere Mitteilungen sind für die Lösung der uns gestellten Aufgabe nicht ausreichend. KECK, MCDONALD u. MELLICHAMP[1] geben eine Methode für die quantitative Bestimmung von 6 Elementen in Silicium an. MORRISON u. RUPP[4] entwickeln eine hochempfindliche Methode, die aber bloß für die Bestimmung von Bor angewendet werden kann. ŠVANGIRADZE u. MOZGOVAJA[5] haben 7 Elemente mit Benutzung von 3 verschiedenen Anregungsarten bestimmt. MORRIS[2,3] gibt nur ziemlich mangelhafte Daten über die quantitative Erfassung von Spurenelementen in Silicium an.

Im folgenden berichten wir über ein spektralanalytisches Verfahren, das zur quantitativen Bestimmung von 18 Spurenelementen (Al, As, Au, B, Ba, Ca, Co, Cu, Fe, In, Mg, Ni, Pb, Sb, Sn, Ti, W, Zn) in Silicium geeignet ist. Alle 18 Elemente können gleichzeitig durch eine einzige Spektralaufnahme erfaßt werden. Der Materialbedarf der Methode ist sehr gering (10 mg Pulver). Die erreichten Empfindlichkeitswerte scheinen schon ungefähr an der durch die Spektralanalyse erreichbaren Grenze zu liegen. Eine weitere Erhöhung der Empfindlichkeit kann nur indirekt durch Anreichern der einzelnen Elemente erfolgen, etwa entsprechend der von MORRISON u. RUPP für Bor mitgeteilten Arbeitsweise.

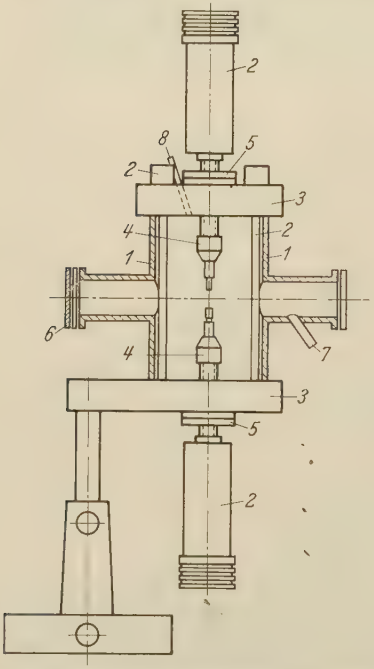


Abb. 1. Schutzgaskammer zur Spektralanalyse

Das Verfahren

Bei der Analyse wird das homogenisierte, feingepulverte Silicium in die Bohrung einer Spektralkohlenelektrode eingeführt und mit Hilfe von Wechselstrom-Abreißbogen in Schutzgasatmosphäre angeregt.

a) Das Schutzgas. Zur Steigerung der Empfindlichkeit müssen die zwischen 2300—3500 Å liegenden SiO-Bänder, ferner die CN-Bänder

unterdrückt werden. Die Störung, die durch die SiO-Bänder verursacht wird, ist bedeutend, da die meisten Analysenlinien in dieses Spektralgebiet fallen. Die SiO-Bänder stammen von dem Sauerstoff, die CN-Bänder von dem Stickstoff der Atmosphäre. Die störenden Bänder können durch Anwendung einer Schutzgasatmosphäre eliminiert werden.

Es wurden Untersuchungen mit N_2, $N_2 + H_2$ und Ar als Schutzgas in einer speziellen Anordnung durchgeführt. Abb. 1 zeigt die Skizze der Schutzgaskammer.

Die Glasbestandteile (*1*) wurden aus Rasothermglas, die Isolatoren aus Hartgummi (*2*) und Bakelit (*3*), die Elektrodenfassungen (*4*) aus Kupfer hergestellt und mit äußeren Kühlflächen (*5*) versehen. Das Licht tritt durch ein Quarzfenster aus. An der gegenüberliegenden Seite ist ein Aluminiumspiegel (*6*) angebracht. Die Zuleitung des Schutzgases erfolgt durch das Röhrchen (*7*). Durch diese Anordnung kann das Quarzfenster vollkommen beschlagfrei gehalten werden. Das Schutzgas wird durch das obere Röhrchen (*8*) abgeleitet. Die Lage der Elektroden und ihre Entfernung können während der Erregung nachgestellt werden.

Die Untersuchungen ergaben keine nennenswerte Differenz bei Anwendung von 100% N_2 oder 95% N_2 + 5% H_2 als Schutzgas. Die besten Ergebnisse wurden mit hochreinem Argon erreicht (mit einem Spurengehalt von $\leq 0{,}01\%$ N_2). Die SiO-Bänder konnten damit vollkommen ausgeschaltet, die CN-Bänder stark unterdrückt werden.

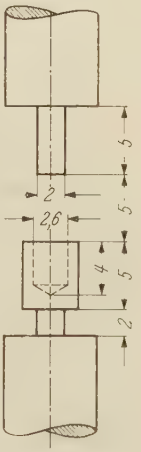


Abb. 2. Form und Anordnung der Hilfselektroden

b) Die Hilfselektroden. Graphitelektroden enthalten häufig spurenweise Verunreinigungen, durch die die Analyse sehr gestört werden kann. Wir haben deshalb zunächst Versuche mit Hilfselektroden aus OFHC Kupfer durchgeführt; diese Elektroden erwiesen sich aber wegen des niedrigen Schmelzpunktes des Kupfers als ungeeignet. Nach einer eingehenden Prüfung zahlreicher Spektralkohlen wurden schließlich sehr gute Ergebnisse mit Spektralkohlen vom Typ RWO der Ringsdorff Werke erzielt. Abb. 2 zeigt die Form und Anordnung der Hilfselektroden.

Mit der abgebildeten Form der unteren Hilfselektrode wurde eine genügend hohe Temperatur der Siliciumprobe erreicht. Die Form der oberen Gegenelektrode ändert sich kaum beim Abbrennen, bloß ihre Länge nimmt ab; das kann aber mit stetigem Nachschub kompensiert werden.

c) Vorbereitung der Siliciumproben. Die zu analysierende Probe wird in einem Achatmörser fein gepulvert und die geeignete Korngröße durch ein Sieb (vom Feinheitsgrad 17xxx) eingestellt. Die erforderliche Homogenität und Korngröße können praktisch bei etwa 1stündigem Verreiben erreicht werden. Das Siliciumpulver wird dann in die Bohrung der Elektrode gestopft. Der Materialbedarf für eine Analyse beträgt etwa 10 mg Pulver. Nach Einstellung der Elektroden wird die Schutzgaskammer 5 min lang mit einem Argonstrom von 1300 ml/min gespült, wonach die Gasgeschwindigkeit auf 100 ml/min herabgesetzt wird.

d) Die Anregung. Die technischen Daten der Spektralanalyse sind auf S. 434 angegeben.

Die Anregung erfolgt mit einem Pfeilstickerschen Abreißbogen. Während der Erregung werden die äußersten Kühlflächen der Elektrodenfassungen mit einem Luftstrom gekühlt. Die Schutzgaskammer wird mit einem Argonstrom von 100 ml/min gespült.

e) Die Arbeitskurven. Für die Auswertung der Spektralplatten werden Arbeitskurven angewandt, die mit synthetischen Standards gewonnen wurden. Die Herstellung der synthetischen Standards ist unten beschrieben. Jede Standardreihe wurde dem spektralanalytischen Verfahren unterworfen und von jedem Standard wurden 5—10 Spektralaufnahmen gemacht. Bei der Auswertung wurde die Kaisersche Methode angewandt. Als Mittelwert der Messungen konnte ein $Y_{z,G}$-Wert festgestellt und für jede Konzentration eines Spurenelementes angegeben werden. So konnte für jede Spurenverunreinigung eine allgemeine Arbeitskurve ermittelt werden, welche zur Auswertung der Analyse diente.

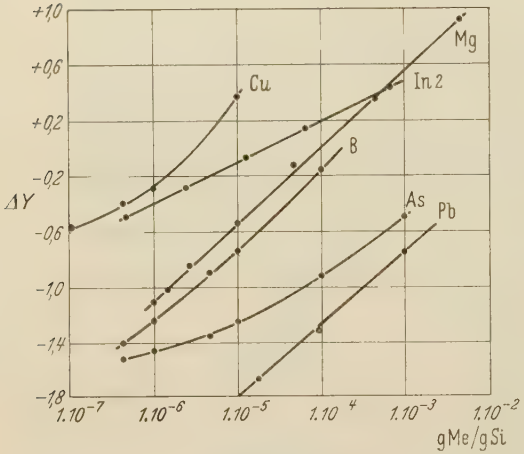


Abb. 3. Arbeitskurven

Abb. 3 zeigt als Beispiele die allgemeinen Arbeitskurven der Spurenverunreinigungen As, Cu, B, In, Mg, Pb in Silicium.

f) Die Anwendungsmöglichkeit des Verfahrens. Mit dem Verfahren können 18 Spurenelemente im Silicium gleichzeitig mit einer einzigen Spektralaufnahme bestimmt werden.

Die Grenzkonzentrationen der Spurenelemente sind in Tab. 1, die Analysen-Linienpaare in Tab. 2 angegeben.

Im Falle von Ca und Mg konnte die untere Bestimmbarkeitsgrenze wegen der geringen Menge von restlichen Spuren dieser Elemente in den zur Verfügung stehenden Siliciumproben nicht genau festgestellt werden. (Über ähnliche bzw. höhere Mengen von restlichen Ca- und Mg-Spuren in hochreinem Silicium wurde auch von THOMPSON u. Mitarb.[6] berichtet.) Die Ca- und Mg-Grenzwerte in Tab. 1 sind mit Hilfe der sukzessiven Additionsmethode bei der Herstellung der Standards annähernd bestimmt worden. Bei Anwendung besserer Siliciumstandards kann eine Steigerung der Empfindlichkeit um eine Größenordnung erwartet werden.

Die Herstellung der Standards

Da uns Siliciumproben mit bekannten Konzentrationen von Verunreinigungselementen nicht zur Verfügung standen, mußten die Vergleichstandards synthetisch hergestellt werden. Zu diesem Zwecke wurden 2 verschiedene Verfahren angewandt, je nach den Eigenschaften der Verunreinigungselemente.

a) Die Metalle Al, As, Au, B, Co, Cu, Fe, Ni, Sb, Sn, Ti, W, Zn wurden in Pulverform hergestellt und in bekannten Mengen dem pulverförmigen hochreinen Silicium von ähnlicher Korngröße beigemischt.

Tabelle 1. *Konzentrationsbereiche der quantitativen Bestimmungen*

Al	$1 \cdot 10^{-7}$—$1 \cdot 10^{-4}$	In(2.)	$5 \cdot 10^{-7}$—$7 \cdot 10^{-4}$
As	$5 \cdot 10^{-7}$—$1 \cdot 10^{-3}$	Mg	$1 \cdot 10^{-6}$—$5 \cdot 10^{-3}$
Au	$8 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-3}$	Ni	$8 \cdot 10^{-6}$—$3 \cdot 10^{-2}$
B	$5 \cdot 10^{-7}$—$2 \cdot 10^{-4}$	Pb	$1 \cdot 10^{-5}$—$2 \cdot 10^{-3}$
Ba	$2 \cdot 10^{-6}$—$5 \cdot 10^{-4}$	Sb	$5 \cdot 10^{-7}$—$1 \cdot 10^{-3}$
Ca	$5 \cdot 10^{-5}$—$2 \cdot 10^{-3}$	Sn	$6 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-3}$
Co	$5 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-4}$	Ti	$5 \cdot 10^{-6}$—$2 \cdot 10^{-4}$
Cu	$1 \cdot 10^{-7}$—$1 \cdot 10^{-5}$	W	$5 \cdot 10^{-5}$—$1 \cdot 10^{-2}$
Fe	$5 \cdot 10^{-6}$—$2 \cdot 10^{-3}$	Zn	$2 \cdot 10^{-5}$—$1 \cdot 10^{-3}$
In(1.)	$1 \cdot 10^{-5}$—$1 \cdot 10^{-3}$		

Tabelle 2. *Verwendete Analysenlinienpaare (in* Å)
Die Zahlen in den Klammern sind die Transparenzwerte (%) der Dreistufenfilter

As	I	2349,84	(100%)	Fe	I	2483,27	(100%)
Si	I	2452,136	(10%)	Si	I	2452,136	(10%)
B	I	2497,733	(100%)	Sb	I	2598,06	(100%)
Si	I	2452,136	(10%)	Si	I	2568,64	(10%)
Pb	I	2833,069	(100%)	Mg	I	2852,129	(50%)
Si	I	2970,347	(50%)	Si	I	2970,347	(50%)
W		2946,98	(100%)	Ni	I	3002,491	(100%)
Si	I	2987,64	(10%)	Si	I	3020,00	(100%)
Ti	II	3088,025	(100%)	Al	I	3092,713	(100%)
Si	I	3020,00	(100%)	Si	I	3020,00	(100%)
Au	I	3122,78	(50%)	Sn	I	3175,02	(100%)
Si	I	3020,00	(100%)	Si	I	3020,00	(100%)
Cu	I	3247,54	(50%)	In	I	3039,356	(100%)
Si	I	3020,00	(100%)	Si	I	2970,347	(50%)
Co	I	3405,12	(100%)	Ca	II	3933,666	(50%)
Si	I	3020,00	(100%)	Si		4130,96	(10%)
Al	I	3961,527	(100%)	In	I	4511,323	(50%)
Si	I	4102,946	(100%)	Si		4130,96	(10%)
Ba	II	4554,042	(50%)	Zn	I	4810,534	(50%)
Si		4130,96	(10%)	Si		4130,96	(10%)

Das Zerkleinern und Mischen geschah im Achatmörser. In dem verwendeten hochreinen Silicium waren die erwähnten Elemente spektrographisch nicht nachweisbar.

b) Die Metalle In und Pb sind kaum zu Pulver zu zerkleinern, die Metalle Ba, Ca und Mg können wegen ihrer hohen Sauerstoffaffinität in feiner Pulverform nicht behandelt werden. In diesen Fällen wurde die folgende Methode angewandt:

Es wurde eine grobe Mischung vom Siliciumpulver und von kleinen Stückchen der genannten Elemente hergestellt. Diese Mischung wurde in einem Quarztiegel in Wasserstoffatmosphäre 3 Std lang bei 900°C geglüht. So entstand eine inhomogene Legierungsmischung, die bei Zimmertemperatur nicht sauerstoffempfindlich und bequem verpulverbar ist. Wenn die Ausgangskonzentrationen der eingebauten Elemente richtig gewählt wurden, werden die einzelnen Komponenten nur in einigen Prozenten anwesend sein, und können — nach Homogenisierung und Feinverpulvern — mit chemischen Methoden analysiert werden*.

Gewogene Mengen der homogenisierten und gepulverten Legierung bekannter chemischer Zusammensetzung wurden dem hochreinen Siliciumpulver beigemischt, und so wurde eine Standardreihe gewonnen.

Bei diesem Verfahren darf nie eine mehr als 10fache Verdünnung in einem Schritt verwendet werden. Jede Standardprobe soll im Achatmörser mindestens 1 Std homogenisiert werden.

Technische Daten

Spektrograph. Quarz-Spektrograph (Typ ISP 22) mit mittlerer Dispersion, versehen mit Zwischenabbildung und Zeiss'schem 3-Stufen-Filter. Spaltbreite: 0,01 mm.

Elektroden. Spektralkohlen RW O (Ringsdorff Werke, Bad Godesberg-Mehlem); Elektrodenanordnung nach Abb. 2.

Elektrodenentfernung. 5 mm. Mit den Zwischendiaphragmen wird nur der mittlere 2 mm lange Bogen abgebildet.

Schutzgas. Hochreines Argon.

Netzspannung. 220 V.

Stromstärke. 8,5—9 A.

Belichtung. 240 sec, Verhältnis Brennen:Kühlung = 2:2 sec.

Spektralplatte. Agfa blau-rapid.

Entwicklung. Methol-Hydrochinon-Pottasche: 4 min bei 18°C.

Photometrie. Mikrophotometer (Typ MF-2).

Auswertung. H. Kaisersche Auswertung.

Linienpaare. Sind in Tab. 2 angegeben.

Zusammenfassung

Es wird ein spektralanalytisches Verfahren zur quantitativen Bestimmung von 18 Spurenelementen (Al, As, Au, B, Ba, Ca, Co, Cu, Fe, In, Mg, Ni, Pb, Sb, Sn, Ti, W, Zn) in Silicium mitgeteilt. Der Materialbedarf ist sehr gering (10 mg Siliciumpulver), und die Empfindlichkeit der quantitativen Bestimmungsmethode erreicht die Grenzen der spektrographischen Nachweisbarkeit ($5 \cdot 10^{-7}$ bis $5 \cdot 10^{-3}$ g Verunreinigung/g Silicium).

Die 18 Spurenelemente können gleichzeitig mit einer einzigen Spektralaufnahme bestimmt werden.

Bei der Analyse wird das zu prüfende Silicium in Pulverform untersucht. Das feingepulverte Silicium wird in die Bohrung einer Spektralkohlenelektrode eingeführt und mit einem Wechselstromabreißbogen in einer Argon-Schutzgasatmosphäre angeregt.

* Die Analysenmethoden wurden von Frau V. Juvancz entwickelt.

Zur Auswertung der Analyse wurden pulverförmige Vergleichstandards hergestellt und allgemeine Arbeitskurven angewandt.

Der Verfasser sagt aufrichtigen Dank seinen Mitarbeitern: Frau V. Juvancz für die chemische Analyse der Standardlegierungen, Herrn V. Zombori für die Überlassung des hochreinen Siliciums und Frau E. Töreki für ihre Hilfe bei den Messungen.

Literatur

[1] Keck, P. H., A. L. MacDonald u. J. W. Mellichamp: Analyt. Chemistry **28**, 995 (1956); vgl. diese Z. **155**, 219 (1957). — [2] Morris, J. M.: U. S. Government Res. Reports **27**, 8 (A) (1957); vgl. Semiconductor Electronics **1**, 168 (1957). — [3] Morris, J. M.: U. S. Governement Res. Reports **27**, 171 (A) (1957); vgl. Semiconductor Electronics **1**, 554 (1957). — [4] Morrison, G. H., u. R. L. Rupp: Analyt. Chemistry **29**, 892 (1957); vgl. diese Z. **160**, 394 (1958). — [5] Švangiradze, R. R., u. T. A. Mozgovaja: Ž. anal. Chim. **12**, 708 (1957); vgl. diese Z. **165**, 352 (1958). — [6] Thompson, B. A., B. M. Strause u. M. B. Leboeuf: Analyt. Chemistry **30**, 1023 (1958); vgl. diese Z. **171**, 141 (1959/60). — [7] Vecsernyés, L.: Magyar Kemiai Folyóirat. **66**, 513 (1960).

L. Vecsernyés, Budapest II., Mártirok utja 35/37

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Literatur. P. Nylen und N. Wigren, *Einführung in die Stöchiometrie*. 8./9. vermehrte und verbesserte Auflage. XII, 241 Seiten. Dr. Dietrich Steinkopff Verlag Darmstadt 1960. Preis kart. 20,— DM.

In der vorliegenden Doppelauflage des bekannten Buches[1] sind nunmehr über 600 Beispiele und Übungsaufgaben nebst den am Schluß des Buches aufgeführten Anleitungen und Lösungen enthalten. In 18 Kapiteln werden folgende Themen in bündiger Darstellung der Gesetzmäßigkeiten und an Hand mehrerer Rechenbeispiele behandelt: Aufstellung chemischer Reaktionsgleichungen, die quantitative Bedeutung der chemischen Formel, die Berechnung der empirischen Formel einer Verbindung, Berechnung der Gewichtsmengen bei chemischen Umsetzungen, die Gasgesetze, das Volumen der Gase bei chemischen Umsetzungen, Äquivalent- und Atomgewichte der Elemente, der Gehalt von Lösungen, Maßanalyse, Osmotischer Druck, Elementaranalyse, Indirekte Analyse, Gasanalyse, Massenwirkungsgesetz, Elektrochemie, Thermochemie, Chemische Kinetik und Kernchemie. — Neu hinzugekommen sind die Kapitel Chemische Kinetik und Kernchemie, bei denen die Anzahl der Aufgaben auf eine Auswahl von typischen Fragestellungen begrenzt ist. Im ersten Kapitel wird jetzt von den Methoden zur Aufstellung von Redox-Gleichungen das Hauptgewicht auf den Elektronenübergang gelegt. Somit stellt das bewährte Buch auch weiterhin für Schüler und Studierende der Chemie eine willkommene Anleitung und Hilfe zur Bewältigung stöchiometrischer Aufgaben der Chemie bzw. physikalischen Chemie dar.

[1] Besprechung der 7. Auflage vgl. diese Z. **170**, 423 (1959). R. Fresenius

Flammenphotometrie. J. W. Robinson[1] zeigt in einer theoretischen Abschätzung, daß die *Anhebung der Linienintensitäten in der Flamme* durch die Gegenwart organischer Lösungsmittel im wesentlichen nicht durch die Erhöhung der Flammentemperatur gedeutet werden kann. Zu diesem Schluß kommt der Verf., da erstens die tatsächliche Verstärkung der Linienintensitäten erheblich größer ist, als eine Abschätzung mit der Boltzmann-Gleichung für entsprechende Temperaturerhöhungen ergibt, und zweitens auch *bei Atomabsorptionsspektren eine Verstärkung der Absorption* in Gegenwart organischer Lösungsmittel in der Flamme beobachtet wird. Der Verf. entwirft folgende Vorstellung: In wäßrigen Lösungen gehen viele Metallionen für die Analyse verloren, da die Verdampfung der Wassertropfen und die endgültige Freimachung der Metallatome aus molekularen Verbindungen oder kleinen Kristallverbänden mehr Energie und Zeit erfordern, als das bei organischen Lösungsmitteln der Fall ist, die nicht nur schneller verdampfen, sondern auch verbrennen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 479—487 (1960). Res. Lab. Esso Standard, Div. of Humble Oil and Ref. Co, Baton Rouge, La. (USA). F. Rosendahl

Methoden der indirekten Spektrophotometrie, d.h. Methoden, bei denen die Probe eine Farbschwächung der Lösung verursacht, behandeln C. N. Reilley und G. P. Hildebrand[1]. Es werden 4 Methoden unterschieden, von denen 2 neu sind. Bei diesen besteht zwischen der Konzentration und der Durchlässigkeit der Lösung eine dem Beerschen Gesetz analoge lineare Beziehung. Die Verfahren werden an 2 Beispielen veranschaulicht, nämlich an den Bestimmungen von Magnesium und Calcium mit Calcon [1-(2-Hydroxy-1-naphthylazo)2-naphthol-4-sulfonsäure] als Reagens. Bei 620 nm absorbiert das freie Calcon stark, während sein sehr beständiges Chelat mit Magnesium bei dieser Wellenlänge weitgehend durchlässig ist. Magnesium bleicht die Lösung also aus, und auf Grund dieses Effektes kann eine Eichkurve konstruiert werden. Die Bestimmung wird in einer mit Ammoniumchlorid-Ammoniak auf p_H 10 gepufferten Lösung durchgeführt. Die Puffermenge muß immer gleich gehalten werden, da auch die Pufferkonzentration die Farbintensität beeinflußt. Das Calcium-Calconchelat ist viel weniger beständig als die Magnesiumverbindung, weshalb Calcium keinen für die Colorimetrie ausreichenden Bleicheffekt ausübt. Fügt man aber einen Überschuß an Magnesium-ÄDTA zu der gepufferten Lösung, so verdrängt Calcium das Magnesium aus dem ÄDTA-Chelat und die frei gewordenen Magnesiumionen bewirken die oben angegebene Farbschwächung. Dies ermöglicht die Bestimmung von Calcium. — Theoretische Betrachtungen über die verschiedenen Methoden der indirekten Spektrophotometrie sowie Einzelheiten der Durchführung der Magnesium- und Calciumbestimmung mögen der Originalarbeit entnommen werden.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1763—1766 (1959). Deptm. Chem., Univ. of North Carolina, Chapel Hill, N. C. (USA). A. Kurtenacker

Spektrophotometrische Analyse von 2-Komponenten-Gemischen. A. L. Glenn[1] entwickelt aus den von Vierordt[2] aufgestellten Gleichungen zur Bestimmung von 2 absorbierenden Substanzen nebeneinander bei 2 Wellenlängen Kriterien, nach denen die bestgeeigneten Wellenlängen für die Messungen ausgewählt werden können. Voraussetzung ist, daß die Extinktionskoeffizienten bekannt sind. Ist $a = a_2/a_1$ das Verhältnis der Extinktionskoeffizienten der Substanz A und $b = \beta_2/\beta_1$ das der Substanz B, sowie $m = E_2/E_1$ das Verhältnis der gemessenen Extinktionen der Mischung, so soll b/a möglichst groß gewählt werden (praktisch maximal 25), während b/m zwischen 0,1 und 2,0 betragen soll. Für die

Konzentration von A gilt dann die Gleichung $c_A = E_1/\alpha_1 (b-m)/(b-a)$. Für B gilt unter Berücksichtigung der übrigen Grundbeziehungen eine entsprechende Gleichung.

[1] J. Pharmacy Pharmacol. **12**, 595—608 (1960). Dep. Pharm. Chem., School Pharmacy, Univ. London (England). — [2] In HEILMEYER: Spectrophotometry in Medicine, p. 7, Adam Hilger Ltd., London 1943. MARGOT ZIMMERMANN

Für die Technik von IR-Absorptionsmessungen adsorbierter Phasen an pulverisierten Festkörpern beschreiben M. COURTOIS und S. J. TEICHNER[1] eine apparative Anordnung. Die in einem Doppelstrahlgerät unterzubringende Anordnung ist hochvakuumdicht, gestattet das Auswechseln der Probe und ist zum Ausheizen und Entgasen der Probe mit einem regelbaren Innenofen versehen. Für die Untersuchung von aktiven Oxiden, oder wie im angegebenen Beispiel von Nickelhydroxid, ist die Verwendung der üblichen Kaliumbromidtechnik nicht möglich. Die Verff. stellen sich poröse Preßlinge aus Cabosil (Teilchengröße ~ 150 Å) und Nickelhydroxid her. Die verminderte Durchlässigkeit wird durch einen gleichen Preßling im zweiten Strahlengang kompensiert. Für eine eingehende Unterrichtung (2 Abb. im Text) sei auf das Original verwiesen.

[1] Bull. Soc. chim. France **1960**, 1773—1775. Fac. Sci. Univ. Lyon und Inst. Rech. Catalyse (Frankreich). H. SPECKER

Die thermische Stabilität und die IR-Spektren von Verbindungen, die als Standardsubstanzen in Gebrauch sind, haben C. DUVAL und C. WADIER[1] in der früher[2] beschriebenen Art untersucht. Folgende Verbindungen sind wasserfrei und bis zu den in Klammern angegebenen Temperaturen beständig: *Kaliumbromid* (800° C), *Kaliumsulfat* (800° C), *Guanidiniumcarbonat* (150° C), *Phthalsäureanhydrid* (123° C), *o-Phthalsäure* (187° C), *Malonsäure* (144° C), *Bernsteinsäure* (195° C). Die organischen Verbindungen zersetzen sich oberhalb der angegebenen Temperaturen mehr oder weniger rasch ohne Hinterlassung eines Rückstandes. — *Wasserhaltige Salze. Cadmiumacetat* ist als 2-Hydrat bis 63° C, von 190—286° C als Anhydrid beständig, bei höherer Temperatur zerfällt es zu CdO als Endprodukt. *Lanthansulfat* ist als 8-Hydrat bis 86° C, als Anhydrid $La_2(SO_4)_3$ von 560 bis mindestens 730° C beständig. *Lithiumcitrat* existiert bis 56° C als 4-Hydrat, wird bei 251° C wasserfrei, zerfällt aber gleich weiter zu carbonathaltigem Li_2O. *Kobaltsulfat* (7-Hydrat) verliert schon oberhalb 36° C Wasser, wird ohne definierte Zwischenstufen bei 378° C wasserfrei und ist in dieser Form bis 730° C beständig. *Magnesiumsulfat* (7-Hydrat) verhält sich ähnlich, die wasserfreie Form existiert oberhalb 400° C. — Die charakteristischen Banden der IR-Spektren sind im Original angegeben.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 541—544 (1960). Lab. Recherches microanalyt., Paris (Frankreich). — [2] DUVAL, C., u. C. WADIER: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 257 (1960); vgl. diese Z. **180**, 285 (1961). A. KURTENACKER

Gaschromatographie. *Zur Berechnung der temperaturabhängigen theoretischen Bodenhöhe einer Kolonne* wird normalerweise über den angewendeten Temperaturbereich unter Anwendung einer von KEULEMANS[1] angegebenen Formel gemittelt. Für die temperaturprogrammierte Gaschromatographie reicht jedoch diese Berechnungsweise nicht aus, da die Koeffizienten der Keulemanschen Gleichung ebenfalls noch temperaturabhängig sind und bei den hier auftretenden großen Temperaturintervallen nicht mehr konstant gesetzt werden können. G. H. STEWART[2] entwickelt ein Integral nach dT, mit dessen Hilfe die theoretische Bodenhöhe in Kolonnen mit stetig ansteigender Temperatur für jede Temperatur errechnet werden kann.

Mit dem Problem der stetigen Änderung der Bodenhöhe bei der temperaturprogrammierten Gaschromatographie beschäftigen sich ebenfalls H. W. Habgood und W. E. Harris[3]. Sie entwickeln ein Integral nach dz zur Errechnung der Bodenhöhe an jedem Ort der Kolonne.

[1] Keulemans, A. I. M., u. A. Kwantes: Vapor Phase Chromatography, D. H. Desty, ed., p. 15, Butterworths, London 1957. — [2] Analyt. Chemistry **32**, 1205 (1960). Dep. Chem., Gonzaga Univ., Spokane, Wash. (USA). — [3] Analyt. Chemistry **32**, 1206 (1960). Res. Council Alberta und Univ. Edmonton. Alberta (Canada). Margot Zimmermann

Die Gaschromatographie mit programmierter kontrollierter Temperaturänderung unterzieht J. C. Giddings[1] einer theoretischen Untersuchung über den Zusammenhang zwischen Retentionszeiten und -temperaturen. Durch eine Näherungslösung der abgeleiteten Gleichungen wird der Einfluß der Erwärmungs-Geschwindigkeit, der Menge der stationären Phase und Säulenlänge näher untersucht und für bestimmte angenommene Werte einzelner Parameter des Verlaufs festgestellt. Als Beispiel werden die Chromatogramme einer homologen Reihe ausgewertet und mit den thermodynamischen Größen Entropie und Enthalpie bzw. freie Energie in Beziehung gesetzt.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 11—20 (1960). Dep. Chem. Univ. Salt Lake City, Utah (USA). S. Prakash

Zur gaschromatographischen Analyse von flüchtigen Komponenten, die in einem nichtflüchtigen Medium gelöst sind, verwenden E. W. Cieplinski und L. S. Ettre[1] eine Modifikation der von N. Brenner und L. S. Ettre[2] angegebenen Vorrichtung zur Bestimmung von Verunreinigungen in Gasen. Die neue Vorrichtung besteht im wesentlichen aus einer U-förmigen Kolonne, die an einem Ende einen Gummiverschluß trägt und mit Adsorbenten wie Aktivkohle, Silicagel, Firebrick usw. gefüllt ist oder Materialien enthält, die eine viel längere Retentionszeit für das Lösungsmittel haben als für die gelösten zu analysierenden Substanzen. Die flüssige Probe wird mit einer Injektionsspritze mit langer Nadel durch den Gummiverschluß direkt auf das Packungsmaterial aufgebracht. Das nicht flüchtige Lösungsmittel wird von dem Packungsmaterial adsorbiert, während die flüchtigen Komponenten verlustlos in die chromatographische Säule befördert und hier analysiert werden. Die U-förmige Kolonne kann, wenn notwendig, im Wasser- oder Ölbad auf höhere Temperaturen erhitzt werden.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 169—171 (1960). The Perkin-Elmer Corp., Norwalk, Conn. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **31**, 1815 (1959); vgl. diese Z. **176**, 125 (1960). A. Kurtenacker

S. H. Langer, C. Zahn und G. Pantazoplos[1] untersuchen die *gaschromatographische Trennung aromatischer Verbindungen an Tetrahalogenphthalsäureestern.* Die unterschiedliche Selektivität von (I) Dimethyl-, (II) Methylpropyl-, (III) Di-n-propyl-, (IV) Di-n-butyl-tetrachlorophthalaten und (V) Di-n-propyl-tetrabromophthalat hängt in gewissem Grad von den Proportionen des Alkoxylrestes der Ester ab. Bei I und II liegt Octan vor Benzol, bei III und IV umgekehrt. Höheres Atomgewicht des Halogens (V) hat den gleichen Effekt wie abnehmende Größe des Alkoxylrestes. Naphthene und Olefine bleiben länger auf der Säule als Paraffine vergleichbarer Siedepunkte, während Alkohole und Ketone frühzeitig austreten und zur Schwanzbildung neigen. Ihre Retentionsvolumina werden größer bei kleineren Alkoxylgruppen. Es sind mehr als 25 Substanzen und speziell p- und m-Xylol getrennt worden. Diese Isomeren erscheinen in umgekehrter Reihenfolge als nach den Verhältnissen der Dampfdrucke zu erwarten wäre. An Hand der Ergebnisse

nehmen die Autoren an, daß für die Selektivität der Säulenfüllungen „ladungsübertragende" Kräfte zwischen den flüchtigen aromatischen Verbindungen (Donator) und den Tetrahalogenestern (Acceptor) verantwortlich sein können. Die Untersuchungen wurden in Säulen aus rostfreiem Stahl mit Wärmeleitfähigkeitszelle und Helium als Trägergas durchgeführt.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **3**, 154—167 (1960). Central Experiment Station, U. S. Bureau of Mines, Pittsburgh, Pa. (USA). A. Niemann

Verteilungsskala eines Kationenaustauschers. Die Verteilung eines Kations zwischen einem Austauscherharz (sulfuriertes Polystyrol AG 50 W-X8) und der 0,1—4 m salzsauren wäßrigen Lösung dieses Kations untersucht F. W. E. Strelow[1] bei 43 Kationen. Gemessen wird der Verteilungskoeffizient K_d = Menge der Ionen im Harz × ml der wäßrigen Phase/Menge der Ionen in der wäßrigen Phase × g trockenes Harz. — Bei der experimentellen Durchführung werden 2,5 g des Harzes (100—200 mesh), welches bei 105° C getrocknet worden ist, mit 20 ml einer Lösung des Kations in 1 n Salzsäure vermischt. Bildet das Kation ein schwerlösliches Chlorid, so wird Salpetersäure verwendet. Dann wird mit Wasser und so viel Salzsäure, daß die gewünschte Säurekonzentration erreicht wird, auf 250 ml verdünnt und 24 Std bei Zimmertemperatur geschüttelt. Nach dem Filtrieren wird in der Lösung die Menge des Kations bestimmt und, wenn möglich, auch im Harz nach dem Veraschen. — Liegt der K_d-Wert über 20, so ist das betreffende Kation schlecht zu eluieren (ZrO^{2+}, Th^{4+}, La^{3+}, Ce^{3+}, Y^{3+}, Ba^{2+}, Hg^{+}, Al^{3+}, Sr^{2+}, Ga^{3+}, Ca^{2+}, Pb^{2+}, Fe^{3+}, Cr^{3+}, Tl^{+}, Ni^{2+}, Co^{2+} in 1 n salzsaurer Lösung). Bei K_d-Werten zwischen 12 und 20 kann mit 300—400 ml Lösungsmittel bei etwa 10 g Harz eluiert werden (Mg^{2+}, Mn^{2+}, Fe^{2+}, Cs^{+}, UO_2^{2+}, Ag^{+}, Cu^{2+}, Hg^{2+}, Zn^{2+}, Rb^{+}, K^{+}, Be^{2+}, Ti^{4+}). Bei noch geringeren Werten genügen 250—300 ml (V^{4+}, Na^{+}, Li^{+}, Sn^{4+}, Cd^{2+}, V^{5+}, Mo^{5+}, Se^{4+}, Bi^{3+}, As^{3+}, Pt^{4+}, Hg^{2+}). K_d kann durch Bildung von Chlorokomplexen, wie etwa bei Hg^{2+}, Cd^{2+}, Fe^{3+} und Mg^{2+} beeinflußt werden.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1185—1188 (1960). Nat. Chem. Res. Lab., South African Council for Sci. and Ind. Res., Pretoria (Südafrika). G. Denk

Zur austauschchromatographischen Trennung anorganischer Kationen verwenden G. Alberti und G. Grassini[1] Papierstreifen, die mit Zirkoniumphosphat imprägniert wurden. Als Laufmittel dienen wäßrige Salzsäure wechselnder Konzentration sowie salzsaure Lösungen von Ammonium-, Kalium- oder Natriumchlorid. Zur *Herstellung der Papiere* verfährt man folgendermaßen: Filterpapierstreifen (Whatman Nr. 1, 6×40 cm) werden möglichst gleichmäßig durch eine 30%ige Lösung von Zirkoniumoxychlorid in 4 n Salzsäure gezogen und sofort danach auf trockenes Filterpapier gelegt, wo sie die überschüssige Flüssigkeit während 5 min abgeben. Anschließend werden sie auf einem trockenen Filtrierpapier bei Raumtemperatur getrocknet. Die trockenen Streifen werden dann 2 min lang in eine 60%ige Lösung von Phosphorsäure in 4 n Salzsäure getaucht und bei Raumtemperatur getrocknet. Nach 6 Std wird die überschüssige Phosphorsäure durch ein 10 min dauerndes Bad in 2 n Salzsäure und durch anschließendes 2maliges Waschen mit Wasser entfernt. Zur Erhöhung der Austauschkapazität wird die Behandlung mit 60%iger Phosphorsäure in 4 n Salzsäure wiederholt. Danach werden die Papiere 75 min lang in einen auf 50° C erhitzten Ofen gebracht, anschließend mit Salzsäure und Wasser — wie oben beschrieben — ausgewaschen und zuletzt an der Luft getrocknet. Auf den so imprägnierten Papieren (3,5 mg Zirkoniumphosphat/cm²) lassen sich eine Reihe analytisch brauchbarer Trennungen ausführen: Fe^{III}-Cu^{II}-Co^{II} und Fe^{III}-Cu^{II}-Cr^{III} in 0,035 n Salzsäure + 0,045 n Natriumchloridlösung: 1 : 1); Th^{IV}-Fe^{III}-U^{VI} und Ti^{IV}-Fe^{III}-U^{VI} in 2 n Salzsäure + 4 m Ammoniumchloridlösung (1 : 1); in diesem Laufmittel wandern u. a. Lanthan, Cer,

Nickel, Chrom, Kobalt und Aluminium mit der Front. Fe^{III}-Al^{III}-Cr^{III} und Fe^{III}-Al^{III}-Mn^{II} lassen sich mit 0,5 n Salzsäure trennen. Man gelangt zu reproduzierbaren Ergebnissen, wenn man das Imprägnierungsverfahren in möglichst vollkommener Weise standardisiert und stets den gleichen Papiertyp verwendet. Die R_f-Werte einer Reihe von Elementen mit Salzsäure verschiedener Konzentrationen als Laufmittel sind für so imprägnierte Papiere angegeben.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 83—85 (1960). Ist. Chim. Generale ed Inorganica, Lab. Chim. Div. Geomineraria del C. N. R. N., Rom (Italien).

H. Hartkamp

Papierchromatographie. *Die quantitative Auswertung von Papierchromatogrammen mittels Röntgenfluorescenz-Analyse* beschreiben E. Jackwerth und H.-G. Kloppenburg[1] in einer *vorläufigen Mitteilung*[2]. Die gewonnenen Chromatogrammstreifen[3] werden durch ein Zusatzgerät zum Siemens-Röntgenspektrometer langsam und mit kontinuierlicher Geschwindigkeit an der Austrittsblende des unter 45° auftreffenden Röntgenstrahls vorbeigeführt. Zur Festlegung der R_f-Werte wird zunächst für jede Komponente des Ausgangsgemisches auf den für diese Komponente charakteristischen Beugungswinkel eingestellt und das Maximum der Fluorescenzstrahlung an dem Papierstreifen markiert. Zur quantitativen Bestimmung kleiner Mengen ($\geqq 10\ \mu g$) mißt man vorteilhaft direkt die Impulszahlen des Scintillationszählers. Die Eichreihen verlaufen linear. Bei größeren Mengen wird mit einem Schreiber registriert und die Registrierfläche in üblicher Weise ausgewertet. Nach der papierchromatographischen Trennung eines Spurenkonzentrats von Gallium, Indium und Zink ergaben sich nach dem beschriebenen Auswerteverfahren für *Zink* und *Gallium* bei $5\ \mu g$ Ausgangssubstanz relative Standardabweichungen von etwa 3% (weniger als 5%). Die statistisch ermittelte Nachweisgrenze für die beiden Elemente war kleiner als $1\ \mu g$. Die Vorteile dieser neuen Methode beruhen darauf, daß die Papieroberfläche und die bei anderen Auswerteverfahren notwendige chemische Vorbehandlung keine Streuung der Meßwerte bedingen, wodurch die Varianz der angegebenen Methode kleiner wird.

[1] Naturwissenschaften **47**, 444 (1960). Inst. f. Spektrochem. u. angew. Spektroskopie, Dortmund-Aplerbeck, in Zusammenarbeit m. d. Westfäl. Wilhelms-Univ. Münster i. W. — [2] Ausführliche Mitt.: Jackwerth, E., u. H. G. Kloppenburg, diese Z. **179**, 186 (1961). — [3] Matthias, W.: Naturwissenschaften **41**, 17 (1954); vgl. diese Z. **143**, 287 (1954).

H. Specker

Polarographie. *Einen umfassenden Überblick über die Anwendung der Polarographie in der organischen Chemie* hat H. W. Nürnberg[1] an Hand von 200 Literaturzitaten mitgeteilt. Nach einführender Behandlung der apparativen und methodischen Fragen werden Anwendungen an reversiblen (*chinoide Systeme, Antioxydantien, Flavinnucleotid, Chinoxaline, Actinomycin und Oxime*) und vor allem an irreversiblen Systemen aufgeführt, geordnet in den Gruppen *Aldehyde, Ketone, Säuren, Halogenverbindungen, Verbindungen mit N-haltigen Substituenten, ungesätt. Kohlenwasserstoffe, Schwefel-* und *Selenverbindungen* und *Heterocyclen*. Ausführlich wird auch auf die polarographische Reaktionskinetik eingegangen und abschließend auf Untersuchungen zur Konstitution und Struktur organischer Verbindungen. Sämtliche wesentlichen Quellenwerke über die Polarographie in der organischen Chemie sind angeführt.

[1] Angew. Chem. **72**, 433—449 (1960). Inst. Physikal. Chemie, Univ. Bonn.

K. Cruse

Um auch stärker konzentrierte Lösungen polarographisch untersuchen zu können, haben L. N. Ljubimova und V. G. Sočevanov[1] eine neue Elektrodenanordnung entwickelt, welche den elektrischen Widerstand der Quecksilbercapillare dadurch

stark erniedrigt, daß die eigentliche Capillare (⌀ 0,02—0,03 mm, 10—12 mm lang) an ein Glasrohr (○ 2,5—3,0 mm) angeschmolzen ist, in welchem die Elektrodenzuführung eingeschmolzen ist. Um ein gleichmäßiges Tropfen der Quecksilberkathode zu erzielen, befindet sich hinter der Elektrodenzuführung eine zweite längere Capillare (⌀ 0,02—0,03 mm, 70—80 mm lang, siehe Abb. 1). Mit dieser Anordnung wurden 0,25 molare Lösungen von Cadmium polarographiert und ergaben Strom-Spannungs-Kurven, die den gleichen Verlauf und die gleiche Steilheit aufweisen, wie solche, die nach den üblichen Methoden in 0,0025 molarer Lösung erhalten werden. Verff. haben mit dieser Anordnung *Kupfer, Zink* und *Blei in Erzen* bestimmt und erhielten Analysenwerte, die sehr gut mit den nach klassischen naßchemischen Methoden erhaltenen übereinstimmen: Kupfer im Bereich von 5,6—24% mit einer rel. Streuung von weniger als 2,5% und 85,8% Cu mit der Streuung ± 0,2%. *Blei*: 10,5—67,0%, maximale Streuung ± 1,9% (rel.), *Zink*: 15,1 bis 56,2% maximale Streuung ± 1,7% (rel.).

[1] Zavodskaja Laborat. **26**, 703—707 (1960) [Russisch]. Allunions-Inst. f. mineral. Rohstoffe, UdSSR. H. Wunderlich

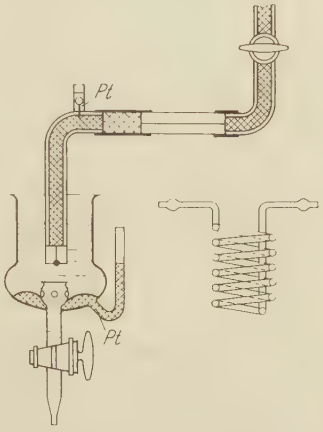


Abb. 1. Meßzelle und Capillare nach Ljubimova u. Sočevanov

Nach Mitteilung von J. Paściak[1] kann das als *Grundelektrolyt* in der Polarographie zu verwendende *Tetrabutylammoniumjodid* durch Umkristallisieren aus einem Benzol-Dimethylformamidgemisch rascher als nach den bisher üblichen Verfahren gereinigt werden; ohne Trocknen beansprucht das Umkristallisieren nur 20 min. Zur Verwendung in einem Medium von Dimethylformamid ist das gereinigte Produkt gleichwertig dem aus Methanol-Acetongemisch umkristallisierten Salz. Dagegen kann zur Polarographie im Äthanolmedium nur das aus Äthylacetat umkristallisierte Tetrabutylammoniumjodid verwendet werden. — *Ausführung.* Man löst 5 g des zu reinigenden Salzes in 50 ml siedendem Benzol, gibt 5 ml Dimethylformamid zu und kühlt mit Wasser oder Eis. Das auskristallisierte Salz wird filtriert, mit 5 ml Benzol-Dimethylformamidgemisch (10:1) gewaschen und im Vakuum ($p < 5$ mm Hg) bei maximal 60° C einige Stunden getrocknet. Die Ausbeute beträgt etwa 80% der Theorie.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 657—661 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Forsch.-Lab., Chem. Werke Oświęcim (Polen). H. Kurtenacker

Automatische Messungen und Berechnungen in der radiochemischen Analyse schlagen J. N. Rosholt jr. und J. R. Dooley jr.[1] vor und beschreiben deren Anwendung in einer grundlegenden Arbeit zur Behandlung *geochemischer Probleme.* Für diese Untersuchungen wird die Isotopenverteilung der Elemente Thorium und Radium herangezogen, wobei die Aufgabe dann relativ einfach ist, wenn nur die beiden Uran-Zerfallsreihen oder nur die Thorium-Zerfallsreihe für die Bildung der Th-Isotope bzw. Ra-Isotope in Frage kommen. Weit schwieriger gestaltet sich das Problem für den Fall, daß die 3 Zerfallsreihen in einer Probe zu berücksichtigen sind und je 4 Isotope der betrachteten Elemente Thorium und Radium auftreten. Es handelt sich um die α-strahlenden Radioisotope ^{232}Th, ^{230}Th, ^{228}Th, ^{227}Th, ^{228}Ra, ^{226}Ra, ^{224}Ra und ^{223}Ra. Die Abfallmessungen für jede Gruppe der 4 Radioisotope

eines der Elemente liefern komplexe Kurven, die bei Anwendung der Bateman-Gleichungen zu Aussagen über die Isotopenverteilung herangezogen werden können. Die Aktivitätsmessungen, die an kreisrunden Proben von 35 mm ⌀ unter Verwendung eines automatischen Probenwechslers und eines Zinksulfid-Scintillationszählers ausgeführt werden, erstrecken sich über einen Zeitraum von mehr als 2 Jahren. Die notwendige Eichung der Meßanordnung erfolgt für die Gruppe der Th-Isotope mit Meßpräparaten, die ^{230}Th enthalten und älter als 4 Monate sind bzw. für die Gruppe der Ra-Isotope mit ^{226}Ra-Meßpräparaten, die älter als einen Monat sind. Nach Untersuchungen mit verschiedenen Typen von Zinksulfid-Scintillationszählern zeigen die Meßwerte dann die geringsten Schwankungen, wenn die Zählanordnungen möglichst selten abgeschaltet werden. Für eine derart kontinuierlich betriebene Zählanordnung werden die Abweichungen in der Zählausbeute innerhalb von 2 Jahren mit weniger als 2% angegeben. Die erhaltenen Meßergebnisse werden auf Hollerith-Karten übertragen und zur Berechnung des entsprechenden Bateman-Ansatzes einem Datatron 205 Computer übergeben. Die Berechnungsansätze, das Blockdiagramm für den Computer und einzelne Ergebnisse werden mitgeteilt.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1093—1098 (1960). U.S. Geol. Survey, Denver, Colo. (USA). A. Spang

Zur Ausführung von Tüpfelproben, die zu löslichen gefärbten Reaktionsprodukten führen, empfehlen H. Weisz und P. W. West[1] den Ringofen zu verwenden[2], wodurch die Erfassungsgrenze auf das 10- bis 100fache verbessert werden kann. Es können sowohl mehrere Reaktionen mit verschiedenen Reagentien aus einem Probetropfen, als auch mehrere verschiedene Proben mit 1 Tr. Reagens behandelt werden. Beim Auswaschen des zentralen Tropfens zur Peripherie erfolgt die Vereinigung von Probe und Reagens und das konzentrierte Reaktionsprodukt wird im entsprechenden Sektor des Ringes sichtbar.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 584—585. Coates Chem. Lab., State Univ. Baton Rouge, La. (USA). — [2] Weisz, H.: Mikrochim. Acta (Wien) **1954**, 140, 376, 460, 785; **1956**, 667, 1856; Analyst **82**, 132 (1957); vgl. diese Z. **145**, 31, 32 (1955); **148**, 146 (1955/56); **155**, 43, (1957); **158**, 35 (1957); **159**, 131 (1957/58).
L. J. Ottendorfer

Indirekte mercurimetrische Bestimmungen. M. Wroński[1] hat in Zusammenhang mit früheren Arbeiten[2] weitere Anwendungsmöglichkeiten der *o-Hydroxymercuribenzoesäure* (HMB) zu analytischen Bestimmungen geprüft. — *Sulfite, Selenite* und *Nitrite* reagieren in saurer Lösung mit Schwefelwasserstoff unter Bildung von Schwefel; der Schwefelwasserstoffüberschuß sollte nach dem Alkalischmachen mit HMB-Lösung unter Verwendung von Thiofluorescein als Indicator bestimmt werden. Die Reaktionen mit H_2S verlaufen aber, wie die Versuche gezeigt haben, nicht stöchiometrisch, daher sind die Anwendungsmöglichkeiten der Methoden sehr beschränkt. — *Mercurimetrische Bestimmung von Quecksilber.* Hg^{2+} reagiert in alkalischer Lösung mit HMB und überschüssigem Na_2S unter Bildung von RHgS · Hg · SHgR, das mit gelber Farbe in Lösung bleibt. Der unverbrauchte Na_2S-Rest wird mit HMB-Lösung zurücktitriert. Das Verfahren gibt auf etwa 0,3% genaue Resultate; NaCl, Na_2SO_4, Rhodanide, Thioharnstoff, Sulfite, Thiosulfate stören nicht, dagegen stören Salze schwerer Metalle mit Ausnahme von Nickelsalzen. 0,001 mMol Hg kann noch erfaßt werden. Das Verfahren eignet sich zur Hg-Bestimmung in quecksilberorganischen Verbindungen nach deren Zersetzung mit konz. Schwefelsäure. — *Ausführung.* Man versetzt die Probelösung, die nicht mehr als 0,3 mMole Hg^{2+} enthalten soll, mit 5 ml 1 n Natronlauge und genügend 1 n Na_2SO_3-Lösung, um den HgO-Niederschlag zu lösen. Dann

fügt man aus der Bürette so viel 0,002—0,05 n HMB-Lösung in 0,2 n Natronlauge zu, daß etwa 2 Mole HMB auf 1 Hg^{2+} kommen, ferner versetzt man mit Na_2S-Lösung (genau gemessen) in 1,2—2fachem Überschuß. Der unverbrauchte Na_2S-Rest wird mit HMB-Lösung aus der gleichen Bürette unter Verwendung von Dithizon als Indicator bis zum scharfen Farbumschlag von Gelb nach Rot titriert. Der Wirkungswert der HMB-Lösung gegen die Na_2S-Lösung wird unter den gleichen Umständen festgestellt. 2 Mole HMB entsprechen 1 Mol Hg^{2+}. — *Bestimmung von Thioharnstoff* (TH) und *Trithiocarbonat* (TC). Man versetzt die nicht mehr als 1 mMol TH oder 0,3 mMol TC in 25 ml Wasser enthaltende Lösung mit 5 ml 1 n Natronlauge und einem Überschuß von 0,04 n HMB-Lösung aus der Bürette, kocht im Falle von TH 0,5 min, im Falle von TC 2 min, kühlt, gibt eine gemessene überschüssige Menge Na_2S-Lösung zu und titriert den Na_2S-Rest mit HMB-Lösung wie oben zurück. Die Resultate sind auf etwa 0,4% genau. Rhodanid, Thiosulfat, Sulfit stören nicht. — Das mercurimetrische Verfahren ist auch zur Bestimmung einiger Schwefelverbindungen nebeneinander geeignet, wofür als praktisches Beispiel die *Analyse von Viscose* näher beschrieben wird.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 101—107 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Abt. f. chem. Technol., Univ. Łódź (Polen). — [2] Wroński, M.: Analyst **83**, 314 (1958); **84**, 668 (1959); Analyt. Chemistry **32**, 133 (1960); vgl. diese Z. **166**, 130 (1959); **175**, 443 (1960); **177**, 367 (1960). A. Kurtenacker

Über die Beeinflussung der Viscositätsmessung von Nicht-Newtonschen Flüssigkeiten durch das jeweilig verwendete Viscosimeter berichtet R. McKennell[1]. Nach einer ausführlichen Diskussion über die bisherigen Geräte wird gezeigt, daß das Scherungsgefälle, wie es im Ferranti-Koaxial-Zylinder Viscosimeter auftritt, bei einem neu entwickelten Gerät — dem Ferranti-Shirley Viscosimeter — vermieden werden kann. Außerdem zeichnet sich dieses Gerät durch die Einfachheit der Bedienung und automatische Aufzeichnung der Messungen in einem großen Viscositätsbereich für verschiedene Anwendungsfälle aus. Beispielsmessungen sowie das Funktionsprinzip werden diskutiert.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1458—1463 (1960). Ferranti Ltd., Manchester (England). S. Prakash

Messungsfehler in der chemischen Analyse. K. Eckschlager[1] gibt die einfachen mathematischen Formeln an, um aus den in Tabellen zu findenden absoluten Fehlern der Wägung und Volummessung die relativen Fehler zu berechnen. Die Bedeutung dieser relativen Fehler zur Beurteilung einer Analysenmethode wird an Hand von bekannten Beispielen besprochen.

[1] Chem. Průmysl **10**, 585—587 (1960) [Tschechisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Werk Léčiva, Prag (ČSSR). H. Kurtenacker

Nomenklatur der Komplexbildner. Gegenüber dem Vorschlag der Anal. Chem. Section der IUPAC[1], die Anionenkomplexe bildenden Polyaminopolycarbonsäuren als „Complexans" zu bezeichnen, weisen die Mitglieder der „Comision Iberoamericana de Normalizaciones, CIN" F. Bermejo, J. Barcelo, A. Prieto und A. Badrinas[2] auf ihren bereits im Jahre 1959 verfaßten Bericht hin, in welchem die Bezeichnung „Chelone" vorgeschlagen wird[3]. Die Titrationsmethoden mit Komplexbildnern sollen als „Komplexometrische Titrationen" zusammengefaßt werden; sie werden unterteilt in argentimetrische, mercurimetrische und chelatometrische Titrationen; die letzten zerfallen weiter in oxinometrische, dithizonometrische, diäthyldithiocarbamatometrische und chelometrische Titrationen. Zu diesen gehören die Titrationen mit NTA, ÄDTA, DCTA, ÄGTA usw. — A. M. G. Macdonald[4] verteidigt als Sekretär der Nomenklaturkommission

der IUPAC die Bezeichnung „Complexan"; er hält die Unterteilung der Titrationsverfahren mit ihren neuen Wortbildungen für überflüssig und verwirrend, verweist aber darauf, daß Abänderungsvorschläge jederzeit bei der Kommission eingebracht werden können.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **22**, 300 (1960). — [2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 500—503 (1960). Lab. Anal. Chem., Univ. Santiago de Compostela (Spanien). — [3] Siehe auch Reilley, C. N., u. M. V. Sheldon: Chemist-Analyst **46**, 59 (1957); vgl. diese Z. **161**, 372 (1958). — Reilley, C. N., u. R. W. Schmid: Analyt. Chemistry **30**, 947 (1958); vgl. diese Z. **166**, 42 (1959). — [4] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 502—503 (1960). Departm. Chem., Univ. Birmingham 15 (Großbritannien). A. Kurtenacker

Über Natriumtetraphenyloborat und seine analytischen Anwendungen berichten R. Montequi und C. Serrano[1] an Hand von 54 Literaturzitaten zusammenfassend. Ausführlicher behandelt werden die Kaliumbestimmung (Umsetzung von Kaliumtetraphenyloborat nach Flaschka[2] mit $HgCl_2$ und nach Rüdorff[3] mit Quecksilberacetat und Brom). Schließlich werden die Bestimmung von stickstoffhaltigen organischen Basen, insbesondere Alkaloiden besprochen. Bisher sind mit Kalignost bestimmt worden: Atropinsulfat, Aminophenazon, Procainhydrochlorid, Cholin, Acetylcholin, Histamin, Procain, Morphin, Aminopyrin, Strychnin, Papaverin, 3-Methyl-carbolin, Opiumalkaloide, substituierte Monoäthanolamine, Ephedrin und andere Basen und Antibiotica.

[1] An. Real. Acad. Farmac. **26**, 107—118 (1960). — [2] Flaschka, H., A. M. Amin u. A. Holasek: diese Z. **138**, 241 (1953). — [3] Rüdorff, W., u. H. Zannier: diese Z. **137**, 1 (1952/53). Irmgard Pfitzer

Das Verhalten von Diphenylcarbazon(I) als analytischem Agens haben J. Minczewski und W. Żmijewska[1] in Zusammenhang mit Versuchen über den Umsatzmechanismus der CrO_4^{2-}-Ionen mit Diphenylcarbazid(II) näher untersucht. Es wird festgestellt, daß der Gehalt der ursprünglich orangerot gefärbten äthanolischen Diphenylcarbazon(I)-lösungen an I mit der Zeit unter bemerkbarer Farbabschwächung allmählich abnimmt, und zwar als Folge einer Disproportionierungsreaktion, bei der aus 2 Molekülen I 1 Molekül II und 1 Molekül Diphenylcarbadiazon (III) entstehen. Wie Absorptionsmessungen im UV-Bereich zeigen, sinkt in einem Zeitraum von etwa 3 Monaten der Gehalt an I praktisch auf Null, während der II-Gehalt allmählich zunimmt. Die beim Lösen von festem I in wasserfreien organischen Säuren (z. B. Essig-, Ameisen- oder Propionsäure) entstehende intensiv violettrosa Färbung, die unter Einwirkung von Wasser oder von einigen organischen Lösungsmitteln (wie z. B. Äthanol) verschwindet und die mit n-Pentanol nicht extrahierbar ist, ist praktisch den Färbungen gleich, die durch den Umsatz des II mit Cr^{VI}-Ionen bzw. durch die Reaktion der Cr^{2+}-Ionen mit I entstehen. Da anderseits die Violettrosafärbung der Lösung von I in Eisessig unter Einwirkung von Cr^{2+}-Ionen verschwindet, nehmen die Verff. an, daß die durch den Umsatz der Cr^{2+}-Ionen mit I entstandene Färbung nicht von einer Komplexverbindung der Cr^{3+}-Ionen mit I herrührt, sondern auf eine tautomere Form von I selbst zurückzuführen ist, die durch die Gegenwart von Cr^{3+}-Ionen in wäßrigem Medium stabilisiert wird.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 429—433 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. f. Kernforsch., Akad. Wiss., Warszawa (Polen). M. Hřivnáč

Mit 7-(4-Sulfo-1-naphthylazo-8-hydroxy-chinolin-5-sulfonsäure (SNAZOXS) als Indicator können nach G. Guerrin, M. V. Sheldon und C. N. Reilley[1] verschiedene Kationen mit ÄDTA titriert werden. — SNAZOXS ist purpurfarben

unterhalb p_H 3, rosa zwischen p_H 3 und 7 und rötlich-orange oberhalb p_H 7; seine Metallkomplexe sind gelb. — *Die Titration in saurem Medium* kann für *Wismut*, *Indium* und *Eisen* direkt bei p_H 2—3 erfolgen. *Cadmium*, *Blei*, *Zink* und *Kobalt* werden in Pyridinpuffer vom p_H 6 bestimmt und *Kupfer* in Acetatpuffer vom p_H 4,5—5. Man verdünnt die Probelösung auf 100 ml, fügt 2 ml des jeweiligen Puffers hinzu, danach 2 Tr. SNAZOXS-Lösung (in Dimethylformamid) und titriert mit 0,01 m ÄDTA-Lösung, bis die Farbe von Gelb nach Orange oder Rosa umschlägt. Kleine Mengen Kupfer können dem Titrationsgemisch zugegeben werden, um den Endpunkt zu verdeutlichen, z. B. bei der Titration von *Quecksilber* oder *Lanthan* in Pyridinpuffer (p_H 6,5 bzw. 6,0). Die Menge an Kupfer variiert mit der Konzentration des zu bestimmenden Metalles und dem gewählten p_H. — Durch Rücktitration ist es ferner möglich, *Aluminium*, *Gallium* und *Quecksilber* zu bestimmen. Man verdünnt die Probelösung auf 50 ml (p_H 2), versetzt mit einem Überschuß an ÄDTA-Lösung, fügt 2 ml des jeweiligen Puffers (p_H 4,5—5) sowie 2 Tr. SNAZOXS-Lösung zu und titriert mit Kupfer(II)-salzlösung bis zum gelben Endpunkt zurück. — In *alkalischem Medium* kann nur *Kupfer* bei Abwesenheit von Erdalkalien in ammoniakgepufferter Lösung vom p_H 9,5 bestimmt werden. — *Titration von Eisen und Aluminium in einer Probe.* Die Probelösung, die Eisen(III)- und Aluminiumionen enthält, wird auf 50 ml verdünnt, auf p_H 2,2 gebracht, mit 2 Tr. Indicatorlösung versetzt und mit ÄDTA-Lösung bis zum purpurfarbenen Endpunkt für Eisen titriert. Nach Ablesen der Bürette versetzt man die Probelösung mit 25 ml ÄDTA-Lösung, rührt und läßt 2 min stehen. Nach Zugabe von 2 ml Acetatpuffer (p_H 4,5) wird der ÄDTA-Überschuß mit Kupfer(II)-salzlösung bis zum grauen Endpunkt zurücktitriert.

[1] Chemist-Analyst **49**, 36—38 (1960). Dept. Chem., Univ. Chapel Hill, N. C. (USA).

Annemarie Hollstein

Calceinblau empfiehlt D. H. Wilkins[1] als neuen *Fluorescenzindicator* für die chelatometrische Titration verschiedener Metalle. Calceinblau ist ein Kondensationsprodukt von 4-Methylumbelliferon, Formaldehyd und Iminodiessigsäure. Die maximale Fluorescenz ergibt sich bei Aktivierungswellenlängen von 370 nm in alkalischer und 330 nm in saurer Lösung. Die starke Strahlung der meisten UV-Quellen bei 366 nm und 250 nm ergibt daher sehr günstige Bedingungen für die Ausführung einer Titration mit UV-Bestrahlung. (Bei Calcein W liegen die Verhältnisse etwas ungünstiger). Bis zu p_H 11 zeigt Calceinblau eine intensiv blaue Fluorescenz (445 nm), die durch Zusatz von Kupferionen bei p_H 4—10 gelöscht wird. Pd wirkt ähnlich, die Reaktionsgeschwindigkeit ist aber sehr gering. In jenem alkalischen Bereich, in dem der freie Indicator fluoresciert, wird die Fluorescenz auch von Mn, Ni und Co gelöscht. Bei p_H-Werten über 12, wo Calceinblau nicht mehr fluoresciert, entsteht mit Ca, Sr und Ba ein fluorescierender Komplex („Umkehrkomplex"). Der allgemeine Vorgang, der sowohl für Ionen anwendbar ist, die gefärbte Chelate bilden (Ni, Co, Cu, Fe, Ti [mit H_2O_2]), als auch für solche mit farblosen Komplexen (Al, Mn, Zn, Hg), besteht in der Rücktitration mit Cu-Lösung nach Einstellung des geeigneten p_H-Wertes, der aus einem pY-p_H-Diagramm[2] entnommen werden kann. Dabei wird nach Zusatz einiger Tropfen 0,1%iger Calceinblaulösung bis zum Verschwinden der Fluorescenz titriert. — *Titration von Nickel(II) und Chrom(III) nebeneinander.* Die saure Lösung wird mit einer in bezug auf Ni überschüssigen Menge ÄDTA versetzt, auf 100—150 ml verdünnt, mit 10 ml Natriumacetat-Essigsäure-Pufferlösung (p_H 4,8) und 2—3 Tr. Indicatorlösung versetzt und mit Cu-Standardlösung bis zum Verschwinden der Fluorescenz titriert. Anschließend wird die Lösung mit einer weiteren, in bezug auf Cr^{III} überschüssigen Menge ÄDTA versetzt und 10—15 min gekocht, wobei sich der Cr-ÄDTA-Komplex bildet. Die Rücktitration erfolgt wie oben. UV-Licht dient als einzige

Lichtquelle. — *Die Bestimmung von Ca, Sr oder Ba* erfolgt bei p_H 13—14. Im Falle des Sr ist ein doppelter Überschuß an Kaliumtartrat erforderlich. Nach Zusatz von einigen Tropfen Indicator wird mit ÄDTA-Lösung direkt titriert, bis das durch die Bildung des Chelatkomplexes bedingte Erlöschen der Fluorescenz des Indicator-Umkehrkomplexes den Endpunkt der Titration anzeigt. Auf die Abwesenheit größerer Mengen Carbonat ist zu achten, da sonst der Endpunkt undeutlich wird. — *Neben* Cr^{III} können alle solchen Ionen titriert werden, die bei Zimmertemperatur sofort komplexieren und bei p_H 4,8 mit Cu zurücktitriert werden können.

[1] Talanta (London) **4**, 182—184 (1960). General Electric Res. Lab., Schenectady, New York, N. Y. (USA). — [2] Reilley, C. N. u. R. W. Schmid: Analyt. Chemistry **31**, 887 (1959); vgl. diese Z. **173**, 162 (1960). L. J. Ottendorfer

Tetrahydroxychinon (THC) und Natriumrhodizonat (NR) reagieren bei einem p_H-Wert über 6 mit zahlreichen Kationen (z. B. Blei, Silber, Barium, Wismut u. a.) in gleicher Weise[1], bei einem niedrigeren p_H-Wert verhalten sie sich jedoch unterschiedlich, wie B. D. Jain und S. P. Singhal[2] jetzt berichten. So ergibt THC mit Th^{IV} und Seltenen Erden einen blauen Niederschlag, eine rote Färbung mit Zirkonyl und eine grüne Färbung mit Ti^{IV}, während NR mit den genannten Ionen nicht reagiert. — Wird eine THC-Lösung, die Be, Mg oder Al enthält, ammoniakalisch gemacht, so entsteht ein roter Farblack, nicht aber mit NR. — Fügt man Ammoniumacetat oder Ammoniak zu der gelben THC-Lösung, so ändert diese ihre Farbe nach Orange, mit der von NR vergleichbar. Diese Lösung reagiert mit $BaCl_2$ unter Bildung eines roten Niederschlages, zeigt aber keine Reaktion mehr mit Th, Be, Mg oder Al. Es scheint, daß THC unter diesen p_H-Bedingungen zu Rhodizonsäure und Hexahydroxybenzol disproportioniert. — Analytisch kann THC zum *Nachweis von Thorium* herangezogen werden. Schon bei 2 μg Thorium in einem Verdünnungsverhältnis von 1 : 25000 tritt die Blaufärbung auf. Versetzt man 1 Tr. der Testlösung in Gegenwart eines Tropfens 5 n Essigsäure mit 1 Tr. Reagenslösung, so stören Uran und Seltene Erden die Reaktion nicht. Hingegen müssen Ce^{IV}, Ti^{IV}, ZrO^{II}, Fe^{II} und Fe^{III} vor dem Nachweis von Thorium beseitigt werden.

[1] Singhal, S. P., u. B. D. Jain: Curr. Sci. **28**, 324 (1959); vgl. diese Z. **176**, 131 (1960). — [2] Curr. Sci. **29**, 390 (1960). Dep. Chem., Univ. Delhi (Indien).
Annemarie Hollstein

Über analytische Anwendungen der Hydroxamsäuren gibt W. W. Brandt[1] eine Übersicht an Hand von 61 Literaturzitaten. Behandelt werden gravimetrische Bestimmungsverfahren verschiedener Metalle auf Grund ihrer Fällung mit Hydroxamsäuren, besonders mit N-Phenylbenzhydroxamsäure, dann colorimetrische Bestimmungsverfahren von Eisen, Vanadium, Titan, Molybdän(VI), Wolfram(VI), Uran(VI) mit Benzhydroxamsäure und schließlich die Extrahierbarkeit der Vanadium-, Molybdän- und Uranchelate von Hydroxamsäuren.

[1] Rec. chem. Progr. **21**, 159—177 (1960). Departm. Chemistry, Purdue Univ., Lafayette, Ind. (USA). H. Kurtenacker

Eine Übersicht über Anwendungen der L-Ascorbinsäure als Reduktionsmittel in der chemischen Analyse gibt S. Baczyk[1]. Es werden unter anderem die Bestimmungsmethoden von Silber, Cer, Zink, Blei, Gold, Eisen behandelt, wobei Überschüsse an Ascorbinsäure mit Quecksilberchlorid, 2,6-Dichlorphenolindophenol, 2,4-Dinitrophenylhydrazin oder Methylenblau usw. erfaßt werden (51 Literaturzitate).

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 3—10 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Abt. allg. Chem., medizin. Akad., Poznan (Polen). A. Kurtenacker

II. Analyse anorganischer Stoffe

Die Bestimmung geringer Mengen von Natrium und Kalium nebeneinander mit Hilfe der Neutronenaktivierungsmethode beschreiben L. Adamski, J. Bouzyk und K. Józefowicz[1]. Die zu untersuchende Probe (etwa 0,4—0,5 g) wird in einer Polyäthylenampulle, die in einem Aluminiumblock untergebracht ist, mit einem Strom von thermischen Neutronen von etwa 10^{12} n/cm² sec im Atomreaktor für 10 Std bestrahlt und darauf für weitere 10 Std langsam abgekühlt. Zugleich werden unter identischen Bestrahlungsbedingungen auch eine Skala von entsprechenden Standardlösungen und eine leere Polyäthylenampulle (deren Aktivität dann als Untergrund bei den Messungen herangezogen wird) behandelt. Da die radioaktiven Isotope von Na und K annähernd gleiche Zerfallshalbzeiten aufweisen (^{24}Na 14,8 Std; ^{42}K 12,4 Std), eignen sich für die erwähnte analytische Aufgabe die Methoden der Untersuchung von Aktivitätsänderungen mit der Zeit nicht. Die Verff. haben deshalb die Eignung der Methode der γ-Spektroskopie und die der Messung der Absorption von β-Strahlung[2] geprüft. — Zu den γ-spektroskopischen Messungen werden die zu untersuchenden Proben im Innern des Schutzblocks des Scintillators untergebracht und ihre Spektra werden von 30—100 V aufgenommen. Der Vergleich der auf diese Art erhaltenen Spektren von Na- bzw. K-Standarden ergibt eine Übereinstimmung mit den Schemen des radioaktiven Zerfalls von ^{24}Na- bzw. ^{42}K-Isotopen (charakteristische photoelektrische Linien für Na bei 1,38 MeV und für K bei 1,53 MeV). Das Spektrum der untersuchten Probe (Salzsäure, Spuren der Alkalimetalle enthaltend) ist durch einen charakteristischen Photopeak bei 1,55 $\pm$ 0,05 MeV gekennzeichnet, der in der Richtung zu geringeren Energiewerten eine merkbare Asymmetrie aufweist. Die Gestalt dieser Kurve ist die Folge der Teilüberdeckung von Na- und K-Banden. Die Durchzeichnung des K-Photopeaks in der asymmetrischen Kurve ermöglicht auch die Gestalt der Na-Kurve zu konstruieren; die Flächen unter beiden auf diese Art erhaltenen Banden können dann rechnerisch[3] bzw. planimetrisch festgestellt werden (kontrollweise können auch die Bandenhöhen beider Peake abgemessen werden) und aus diesen Angaben die gesuchten Gehalte der Probe an Kalium und an Natrium größenordnungsmäßig ermittelt werden. — Die Methode der Messung der β-Strahlenabsorption[2] macht von den Unterschieden in Ablauflängen der β-Teilchen beider erwähnter Isotope Gebrauch (Laufstrecke in Aluminium für die β-Strahlung von Na 2,5 mm, für K 6,5 mm). Unter der Voraussetzung, daß die gesamte Aktivität der zu untersuchenden Probe ausschließlich von Na und K herrührt, werden mit einem Geiger-Müller-Zählrohr die Aktivitäten hinter einer 2,5 mm Al-Platte (abgeschwächte β-Strahlung von Kalium, etwa abgeschwächte γ-Strahlung beider Elemente) sowie auch hinter einer 6,5 mm-Al-Platte (abgeschwächte γ-Strahlung beider Isotope) gemessen. Durch Vergleich mit den festgestellten Aktivitäten von Standardproben können die Gehalte der Probe an K und an Na festgelegt werden. Die Methode liefert aber zuverlässige Resultate nur dann, wenn sie in Verbindung mit der γ-Spektroskopie herangezogen wird, da dann auch zuverlässig festgestellt werden kann, ob die beobachtete und gemessene β-Strahlung wirklich ausschließlich von den zu untersuchenden Radioisotopen stammt. Trifft dies zu, so ergeben sich aus Messungen der nicht abgeschirmten γ-Aktivität von Standardproben im logarithmischen Maßstab (Impulszahl/min gegen Maße des Isotops) geradlinige Eichkurven. Damit können bis zu 10^{-7} g Na und 10^{-5} g K erfaßt werden. Die mittleren Bestimmungsfehler sind kleiner als 20%.

[1] Nukleonika (Warszawa) **5**, 317—327 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. f. Kernforsch., Akad. Wiss., Warszawa (Polen). — [2] Boyd, G. E.: Analyt. Chemistry **21**, 335 (1949). — [3] Connally, R. E., u. M. B. Leboeuf: Analyt. Chemistry **25**, 1095 (1953); vgl. diese Z. **142**, 215 (1954). M. Hřivnáč

Zur spektralphotometrischen Bestimmung kleiner Kupfermengen (0,5—3,0 μg) versetzt man nach R. E. Stoner und W. Dasler[1] die Probenlösung (< 3 ml) in einem Zentrifugenglas mit 2 ml einer gesätt. Lösung von Trinatriumphosphat in bidest. Wasser, verdünnt die Lösung, deren p_H-Wert nun bei 11—12 liegen soll, zu 5,0 ml und gibt 7,0 ml einer benzolischen Lösung von *sym. Diphenylcarbazid* hinzu (10 mg Diphenylcarbazid werden in der Siedehitze in 50 ml Benzol gelöst; nach Abkühlung wird die Lösung mit Benzol zu 100 ml verdünnt). Dann schüttelt man das verschlossene Glas 1 min lang kräftig durch. Dabei bildet sich das rote Kupferchelat mit sym.-Diphenylcarbazid, das in die Benzolphase übergeht. Diese Benzolphase wird durch Zentrifugieren abgetrennt und die Absorption des Kupferchelates bei 540 nm gegen eine in gleicher Weise hergestellte Blindprobe gemessen ($\lambda_{max} = 540$ nm; $\varepsilon_{max} = 55000$ [l/Mol · cm]). Das Kupfer wird zwar nicht quantitativ, sondern nur zu 95% extrahiert; die an Hand der Extinktionen verfolgte Extraktion ist jedoch gut reproduzierbar, solange der p_H-Wert der wäßrigen Phase nicht unter 9,5 sinkt. Die Extinktionsmeßwerte folgen bei Kupfermengen zwischen 0,5 und 3,0 μg dem Beerschen Gesetz. Sie erreichen nach 30 sec dauernder Extraktion ihren Endwert, der mindestens 24 Std lang unverändert bleibt. Reagensüberschüsse sind ohne Einfluß auf die Meßwerte. Die Blindlösung ist farblos. Störendes Quecksilber kann mit Kaliumjodid maskiert werden; Störungen durch kleine Mengen (10 μg) Eisen und Mangan werden durch Citratzusatz ausgeschaltet. Nickel Cadmium und Kobalt stören nur in verhältnismäßig großen Mengen (100 μg). Die Verff. geben für die Bestimmung von 3 μg Kupfer eine relative Standardabweichung (Varianz) von 2,7% an.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1207—1208 (1960). Chicago Med. School, Chicago, Ill. (USA). H. Hartkamp

Silber. *Die katalytische Zersetzung des Hexacyanoferrats(II) durch Silber* dient I. Kraljić[1] zur *photometrischen Bestimmung des Silbers* im Ultramikrobereich, indem das gebildete freie Fe^{II} mit α,α'-Dipyridyl (oder auch 1,10-Phenanthrolin) zu einer Rotfärbung (Absorptionsmaximum 522 nm) umgesetzt wird. Bei erhöhter Temperatur und in schwach saurem Medium ist die katalytische Wirkung des Silbers besonders stark. — *Arbeitsweise.* 5,00 ml Probelösung versetzt man mit 0,50 ml 0,2%iger α,α'-Dipyridyllösung in 1 m Acetatpuffer (p_H 3,2) sowie 0,25 ml 1,0%iger frischer Kaliumhexacyanoferrat(II)-lösung. Man erwärmt 3 min bei 65°C (höhere Temperaturen bedingen höhere Blindwerte), kühlt auf 20°C ab und mißt die Extinktion in 5 mm-Küvetten gegen Blindlösung. Alle Versuche werden in diffusem Licht durchgeführt. Die Eichkurve ist gekrümmt und umfaßt den Konzentrationsbereich $2 \cdot 10^{-7}$ bis $2 \cdot 10^{-6}$ Mol $AgNO_3$/l. Die Werte sind innerhalb $\pm$ 8% reproduzierbar. Störungen z. B. durch Hg und Pd[2] sind nicht untersucht worden.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 586—591. Inst. analyt. Chem. Univ. Zagreb (Jugoslawien). — [2] Feigl, F., u. A. Caldas: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **13**, 526 (1955); vgl. diese Z. **152**, 442 (1956). E. Bankmann

Die Extraktion von Silber als 1:1-Oxinatkomplex mit verschiedenen organischen Lösungsmitteln untersuchen G. K. Schweitzer und E. T. Bramlitt[1]. Die Konzentration der wäßrigen Silbersalzlösung beträgt meist 10^{-7} m. Untersucht wird die Abhängigkeit von der Oxinkonzentration (1—10^{-5} m), von der Temperatur (0°, 30° und 40° C), vom organischen Lösungsmittel und von verschiedenen Zusätzen zur wäßrigen Lösung. Als Extraktionsmittel werden verwendet: $CHCl_3$, CCl_4, C_6H_6, $C_6H_5CH_3$, C_6H_5Cl, C_6H_5Br, n-Butyläther und Cyclohexan. In der wäßrigen Phase werden $NaClO_4$, KNO_3, Natriumacetat, -oxalat, -citrat, KCl, KBr, KJ, $Na_2S_2O_3$ oder Glycin in Konzentrationen von 10^{-1} bis 10^{-3} m gelöst. Bei der experi-

mentellen Durchführung werden 10 ml der wäßrigen Lösung 5 Std mit 10 ml des oxinhaltigen Extraktionsmittels gerührt. Die p_H-Werte, bei denen die Hälfte des Silbers in die organische Schicht geht (p_H 1/2) sind tabellarisch zusammengestellt. Unter p_H 3,5 und über 9,5 findet nahezu keine Extraktion statt. Es wird ferner in einzelnen Fällen die Komplexitätskonstante des Ag-oxinatkomplexes in der Lösung berechnet.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 419—422 (1960). Dep. Chem. Univ., Knoxville, Tenn. (USA). G. Denk

Den mikrochemischen Nachweis der Elemente Calcium, Strontium und Barium beschreibt J. F. Possidoni de Albinati[1]. Es kann jedes Element neben dem 100fachen Überschuß der anderen nachgewiesen werden. Alle Versuche werden in Gläschen von 12 mm innerem ⌀ und 10 cm Länge durchgeführt. Die Pipetten haben 8 mm äußeren ⌀ und 12 cm Länge. Außerdem wird eine speziell entwickelte Filtrierpipette verwendet. — Zum *Ca-Nachweis* gibt man in ein Versuchsgläschen 1 Tr. der Probe, 1 Tr. 10%ige ÄDTA-Lösung, 1 Tr. 10%ige Aluminiumnitratlösung, 4 Tr. Pufferlösung (10 g Natriumacetat + 75 ml Wasser + 20 ml Eisessig) und 2 Tr. 20%ige Kaliumoxalatlösung. Man erwärmt 5 min im Wasserbad. Bei Anwesenheit von Ca entsteht ein Niederschlag. Zur Abtrennung des Ca aus Gemischen bringt man eine Nitratlösung der Probe zur Trockne, gibt 8 Tr. Salpetersäure (D 1,42) zu, rührt mit dem Glasstab um, zentrifugiert, mißt mit trockner Pipette 4 Tr. der überstehenden Lösung ab, bringt sie zur Trockne und führt den Ca-Nachweis mit der wäßrigen Lösung wie oben beschrieben durch. — Zum *Sr-Nachweis* bringt man die Chloride zur Trockne, gibt 1 ml wasserfreies Äthanol zu und rührt mit einem Glasstab. Die klare Lösung gibt man in ein anderes Gläschen und bringt auf dem Wasserbad zur Trockne. Man gibt 5—6 Tr. konz. Salpetersäure zu und bringt zur Trockne. Man kühlt ab und gibt 10 Tr. einer gesätt. Lösung von Strontiumnitrat in konz. Salpetersäure zu und rührt mit einem Glasstab. Der Rückstand wird von den Säureresten ausgewaschen und gelöst, in 1 Tr. 10%iger ÄDTA-Lösung 15 min auf dem Wasserbad erwärmt und mit 1 Tr. 20%iger $MgCl_2 \cdot 6H_2O$-Lösung, 4 Tr. 30%iger Ammoniumacetat- und 2 Tr. 30%iger Kaliumchromatlösung versetzt. Man erwärmt 2 min auf dem Wasserbad und in 6 Tr. der klaren Lösung wird die Sr-Bestimmung durchgeführt, indem man 2 Tr. 40%ige Ammoniumsulfatlösung zugibt, auf dem Wasserbad 30 sec erhitzt, dann 2 Tr. Äthanol zugibt, rührt und abkühlen läßt. — Zum *Ba-Nachweis* gibt man zu 1 Tr. der Probe 2 Tr. der ÄDTA-Lösung, erwärmt 15 sec auf dem Wasserbad, kühlt ab und gibt 1 Tr. Magnesiumchloridlösung und 4 Tr. Ammoniumacetatlösung und 2 Tr. Kaliumchromatlösung zu. Der Niederschlag wird zentrifugiert und die klare Flüssigkeit dekantiert. Dann wäscht man mit 5 Tr. dest. Wasser. Der Rückstand wird mit 1 Tr. 4 n Salzsäure gelöst und mit 1 Tr. einer wäßrigen 4 n Ammoniaklösung und 4 Tr. Ammoniumacetatlösung und 2 Tr. Kaliumchromatlösung versetzt.

[1] An. Asoc. quim. argent. **47**, 275—292 (1959). Inst. f. qual. Anal., Fak. f. exakte Wiss. u. Naturwiss., Univ. Buenos Aires (Argentinien). Irmgard Pfitzer

Die flammenphotometrische Barium- und Sulfatbestimmung nach einem verbesserten Verfahren. D. C. Cullum und D. B. Thomas[1] berichten über eine Verbesserung der flammenphotometrischen Sulfatbestimmung mit einem E.E.L.-Filterflammenphotometer. Während bei der ursprünglichen Methode das Sulfat als Bariumsulfat ausgefällt und in einer 1%igen Stärkelösung zur Analyse suspendiert wird, lösen die Verff. das Bariumsulfat in einer Ammonium-ÄDTA-Lösung. Das hat den Vorteil der größeren Homogenität, und es kann sich kein Bariumsulfat

absetzen, was bei einer Suspension zu Fehlern führen kann. Die Verff. benutzen zur Analyse ein Wratten Nr. 65A- oder Nr. 77-Filter. Eine Probe, die etwa 0,1 bis 0,2 g Sulfat enthält, wird in Wasser gelöst, mit 10 ml konz. Salzsäure versetzt und auf 100 ml aufgefüllt. Es muß darauf geachtet werden, daß keine oberflächenaktive Stoffe oder andere Anionen, die ebenfalls unlösliche Bariumsalze bilden, in der Lösung enthalten sind. Zu 5 ml dieser Lösung werden 5 ml einer 1%igen Bariumchloridlösung zugesetzt, und das Ganze wird 2mal zentrifugiert. Der Niederschlag wird schließlich in Ammonium-ÄDTA-Lösung (5 g Äthylendiamintetraessigsäure und 50 ml Ammoniaklösung/500 ml Wasser) gelöst und auf 10 ml aufgefüllt. Diese Lösung wird flammenphotometrisch analysiert.

[1] Analyst **85**, 688—689 (1960). Colgate-Palmolive Ltd. Manchester, (England).
F. Rosendahl

Dinatriumbariumäthylendiamintetraacetat als Reagens zur komplexometrischen Bestimmung von Zink und Kupfer empfehlen F. Sierra-Jiménez und C. Sánchez-Pedreño[1]. Durch zugesetztes Alkalisulfat wird das Barium aus der Lösung ausgefällt und auf dem Bariumsulfatniederschlag ergibt sich im Äquivalenzpunkt ein scharfer Farbumschlag der angewandten Indicatoren. Die theoretischen Grundlagen der vorgeschlagenen Arbeitsweise und ihre Vorteile gegenüber der üblichen Anwendung von Dinatrium-ÄDTA werden von den Verff. ausführlich besprochen. — *Ausführung. 0,05 m Dinatriumbariumäthylendiamintetraacetatlösung* (Na_2Ba-ÄDTA-Lösung). Man mischt 18,605 g $Na_2H_2 \cdot$ ÄDTA mit ungefähr 15,775 g Bariumhydroxyd und löst das Gemisch unter ständigem Rühren in der kleinstmöglichen Menge Wasser. Nach und nach wird das Flüssigkeitsvolumen auf 1000 ml ergänzt und die Lösung filtriert. Durch Verdünnen werden aus der 0,05 m Lösung 0,01 m, 0,002 m, 0,001 m und 0,0001 m Lösungen hergestellt. — *Bestimmung von Zink.* Die Zinksalzlösung (Chlorid oder Nitrat) wird in einem Fällungsgefäß auf p_H 6—7 eingestellt (Beginn der Hydroxydfällung mit NaOH und Auflösen durch vorsichtige Zugabe von Ammoniumchlorid oder Ammoniumnitrat). Man fügt einige Tropfen Indicator (Eriochromschwarz T, 1 g/100 ml Alkohol) zu und 5 ml 0,05 m Kaliumsulfatlösung für je 10 ml einer 0,01 m Zinksalzlösung. Die Lösung ist weinrot. Die Titration erfolgt unter ständigem Rühren mit 0,05 m, 0,01 m, 0,002 m oder 0,001 m Na_2Ba-ÄDTA-Lösung für Zinksalzmolaritäten von 0,05 m, 0,01 m, 0,001 m oder 0,0001 m. Es tritt zunächst der weiße Niederschlag von Bariumsulfat auf, und im Äquivalenzpunkt schlägt die Farbe scharf nach Blau um. Sind Kupfersalze in der zu untersuchenden Lösung anwesend, so werden nach Zugabe von Indicator und Kaliumsulfat 1—5 ml einer 25%igen Na-Thiosulfatlösung zugegeben, um das Kupfer zu maskieren. Anwesende Eisen(III)-Ionen werden von vornherein durch Zugabe von 1—2 g Natriumtartrat und Einstellen auf p_H 7—8 mit NaOH maskiert. — Zur *Bestimmung von Zink, Kupfer oder der Summe beider* mit Murexid als Indicator wird zunächst der p_H-Wert wie oben auf 6—7 eingestellt (bei reiner Cu-Bestimmung kann auch auf p_H 4—5 gebracht werden), dann werden 5—10 ml 0,05 m Kaliumsulfatlösung und einige Tropfen der gesätt. wäßrigen Lösung des Murexidindicators zugegeben. Die Lösung zeigt eine gelbe Färbung, sie wird bei Gegenwart von Kupfer während der Titration grün und schlägt im Äquivalenzpunkt nach intensivem Violett um. — Bei der Zn-Bestimmung beträgt der höchste prozentuale Fehler 0,35% für 0,05 m, 0,15% für 0,01 m, 0,30% für 0,001 m und 1,50% für 0,0001 m Lösungen. Nur in Gegenwart von sehr großen Mengen an Cu (etwa der zwölffache Betrag des Zn) erhöht sich der Fehler auf 0,60% bei 0,01 m, bei Gegenwart von etwa fast der doppelten Menge Fe^{3+} auf 1,20%. Die Cu-Bestimmungen zeigen ebenfalls große Genauigkeit.

[1] Inform. Quím. anal. **14**, 91—99 (1960). Lab. Quím. Analit., Fac. Ciencias. Univ. Murcia (Spanien).
Irmgard Pfitzer

Die Extrahierbarkeit von Zink-, Magnesium- und Berylliumoxinaten mit Isobutylmethylketon untersuchen Y. Kakita und H. Gotô[1]. Die genannten Oxinate sind bekanntlich mit dem üblichen Extraktionsmittel Chloroform nicht extrahierbar. Zink kann aus ammoniakalischer Lösung ($p_H > 9{,}4$) und Magnesium aus ammoniakalischer Lösung oberhalb p_H 10,2 quantitativ extrahiert werden. Die Konzentration des Zinkoxinates im Extrakt folgt bei 395 nm, die des Magnesiumextraktes bei 385 nm dem Beerschen Gesetz. Dadurch ist für beide Elemente eine quantitative Bestimmungsmöglichkeit gegeben. Die Maxima der Fluorescenzspektren (Zink 545 nm, Magnesium 525 nm) ergeben keine lineare Abhängigkeit von der Konzentration. Beryllium läßt sich am besten aus ammoniakalischer Lösung in Gegenwart von 0,25% Ammoniumtartrat extrahieren. Auch hier folgt die vorgegebene Konzentration Beryllium im Extrakt bei 400 nm dem Beerschen Gesetz. Auch das Fluorescenzspektrum kann in erster Annäherung für eine quantitative Bestimmung bei 530 nm herangezogen werden. — Über eine gegenseitige Beeinflussung der Kationen oder eine selektive Abtrennung in Gegenwart von anderen Ionen wird nichts mitgeteilt.

[1] Sci. Rep. Res. Inst. Tôhoku Univ., Ser. A, **12**, 334—345 (1960). Res. Institute for Iron, Steel and Other Metals. H. Specker

Cadmium. *Zum Mikronachweis von Cadmium* schägt J. C. Baró Graf[1] folgende Arbeitsweise vor: Auf einen Objektträger gibt man mit einem Glasstabe die verd. Cadmiumacetatlösung und fügt je einen kleinen Tropfen reines Pyrimidin sowie konz. NaCl-Lösung zu. Man erhält eine Trübung, deckt mit einem Deckgläschen zu und beobachtet unter dem Mikroskop. Man kann auch anstelle der NaCl-Lösung Pyrimidin mit konz. Salzsäure verwenden. Neutrale und saure Cd-Lösungen ergeben farblose quadratische, rechteckige oder blattförmige Kristalle bzw. Kristallaggregate oder -rosetten.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 902—903. Instituto de Investigaciones Microquimicas de la Universidad Nacional del Litora, Rosario (Argentinien).
Irmgard Pfitzer

I. Grecu, V. Handelsmann und E. Curea[1] beschreiben ein *indirektes volumetrisches Verfahren zur Cadmiumbestimmung*, das auf der Fällung der schwer löslichen Komplexverbindung mit Pyramidon und Rhodanid $[Cd(C_{13}H_{17}ON_3)_2](SCN)_2$ beruht, die schon von J. Dick und I. Ristici[2] zur gravimetrischen Cd-Bestimmung herangezogen worden ist. Anwesendes Aluminium wird durch Pyramidon allein in Abwesenheit von Rhodanid als $Al(OH)_3$ gefällt und stört dann die Cd-Bestimmung nicht, störendes Blei kann durch Fällung mit 20%iger Na_2SO_4-Lösung unschädlich gemacht werden. — *Ausführung.* Man säuert die 0,02—0,09 g Cd enthaltende Lösung im 100 ml-Meßkolben mit 1—2 Tr. Eisessig an, fügt 25 ml 4%ige Pyramidonlösung und 50—60 ml 0,1 n NH_4SCN-Lösung zu, ergänzt mit Wasser zur Marke, schüttelt 1—2 min, läßt 15 min zum Absitzen des weißen Niederschlages stehen und filtriert dann durch ein trockenes Filter in eine trockene Bürette. Das Filtrat enthält den Rhodanidüberschuß, der durch Einfließen in vorgelegte 0,1 n $AgNO_3$-Lösung gegen salpetersaure Eisenalaunlösung als Indicator titriert wird. Die Berechnung des Cadmiumgehaltes erfolgt auf Grund der oben angegebenen Formel des Niederschlages. Nach den mitgeteilten Analysenergebnissen werden in An- oder Abwesenheit von Aluminium oder Blei im Mittel 99,64% des angewandten Cadmiums wiedergefunden.

[1] Rev. Chim. (Bucarest) **11**, 587—588 (1960) [Rumänisch]. (Mit dtsch., engl. u. franz. Zus.fass.) Lab. anorg. Chem., Pharmaz. Fakult. Cluj (Rumänien). — [2] Stud. cercet. ştiinţif. ser. chim. Timişoara **4**, 56 (1957). H. Kurtenacker

Quecksilber. J. Weyers[1] hat die *photometrische Bestimmungsmethode* von C. Mahr[2] insofern vereinfacht, als er den Niederschlag von Quecksilber-reineckat, $Hg[Cr(NH_3)_2(SCN)_4]_2$, in Pyridin löst und die erhaltene rotviolette Lösung photometriert. Im Konzentrationsbereich von 5—50 mg HgCl/l ist das Beersche Gesetz erfüllt. Das Verfahren kann außer zur Untersuchung anorganischer Materialien auch zur Hg-Bestimmung in Arzneimitteln Verwendung finden, worüber später im einzelnen berichtet werden soll. — *Ausführung.* Die zu untersuchende Probe bzw. die zur Aufstellung der Eichkurve dienende Lösung (50 mg $HgCl_2$/l) wird mit 5 ml konz. Salzsäure angesäuert, zum Sieden erhitzt und tropfenweise mit einer gesättigten, frisch hergestellten, filtrierten und leicht angesäuerten Lösung von Reinecke-Salz versetzt. Der Niederschlag, der sich rasch absetzt, wird in einen mit hartem Papierfilter versehenen Büchner-Trichter (⌀ 5 cm) filtriert, mit heißem Wasser gewaschen und dann samt dem Filter in das Fällungsgefäß zurückgebracht. Dort löst man den Niederschlag in 25 ml wasserfreiem Pyridin in der Kälte zu einer klaren rotvioletten Flüssigkeit, deren Farbintensität in Küvetten mit 10 mm Lichtweg hinter Grünfilter gemessen wird. Der mittlere Fehler des arithmetischen Mittelwertes beträgt 0,64%.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 95—99 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Pharmaz. Fakult. d. medizin. Akad. Krakau (Polen). — [2] Angew. Chem. **53**, 257 (1944).

A. Kurtenacker

I. Grecu[1] beschreibt ein Verfahren zur *gravimetrischen Quecksilberbestimmung*, das auf der Reduktion mit *Phenylsemicarbazid* in alkalischer Lösung zu Quecksilbermetall beruht, das gewogen wird. Das Verfahren gibt für Hg-Mengen von 0,07—0,21 g Hg genaue Resultate und ist auch in Anwesenheit von Cu, Bi, Pb und Te^{IV} anwendbar. — *Ausführung.* Man verdünnt die Quecksilbersalzlösung (Chlorid oder Nitrat) mit 10—20 ml Wasser, fügt einen Überschuß an kaltgesättigter wäßriger Lösung von Phenylsemicarbazid und 4—6 ml 30%iger Natronlauge zu und läßt 20—30 min in der Kälte stehen. Wenn die über dem Niederschlag befindliche Flüssigkeit klar geworden ist, filtriert man durch einen Filtertiegel, wäscht mit Wasser bis zum Verschwinden des vorhandenen Anions, dann 2mal mit 5 ml Äthanol und 2mal mit 5 ml Äther, trocknet 10—12 min im Vakuum und wägt. — In Anwesenheit von Kupfer versetzt man die zu analysierende Lösung mit 20 ml konz. Ammoniak und 1 g Natriumtartrat und fügt anschließend einen großen Überschuß an gesätt. Reagenslösung zu. Der Hg-Niederschlag wird zunächst 2—4mal mit 3—5 ml 12%iger Salzsäure gewaschen. In Gegenwart von Blei wird ebenso verfahren, doch unterbleibt das Waschen mit Salzsäure. In Gegenwart von Wismut versetzt man ohne ammoniakalisch zu machen mit 10 ml 10%iger Natriumtartratlösung.

[1] Farmacia (Bucuresti) **8**, 117—120 (1960) [Rumänisch]. (Mit engl., franz. u. dtsch. Zus.fass.)

A. Kurtenacker

Quecksilberionen reagieren in alkalischer Lösung mit *Kaliumantimonyltartrat* unter Bildung eines Niederschlages, der in sehr verdünnter Lösung grau, bei zunehmender Quecksilberkonzentration grauschwarz und schließlich schwarz gefärbt ist. Diese Reaktion ist nach E. Chinoporos[1] für den Nachweis von Quecksilberionen in einem Salzgemisch geeignet. Ag, Pb, Bi, Cd, Al, Co, Mn, Zn, Fe, Ba, Sr, Ca, Mg, Na, K und NH_4^+ stören nicht. Es treten mit diesen Ionen und Brechweinstein entweder weiße Niederschläge auf oder die Lösung bleibt klar. In Wasser gelöstes Nickelnitrat verfärbt sich von hellgrün nach blau. — Die Frage nach der Struktur des Quecksilber-Kaliumantimonyltartratniederschlages ist noch nicht geklärt. Die grauschwarze Farbe könnte von zum Metall reduziertem Quecksilber, Antimon oder beidem bewirkt sein.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1364 (1960). Suffolk Univ., Boston, Mass. (USA).

Annemarie Hollstein

Diboran, Dichlorboran und Trichlorboran (Bortrichlorid) nebeneinander bestimmen H. G. Nadeau und D. M. Oaks jr.[1] IR-spektroskopisch. Gemessen wird für Diboran die Extinktion bei 5,35 μ, für Dichlorboran bei 8,98 μ und für Trichlorboran bei 10,24 μ. Zur Durchführung der Analyse wird die Meßzelle zunächst evakuiert und das Analysengemisch mit einem Enddruck von 100 mm eingelassen. Aus den bekannten Extinktionskoeffizienten ergeben sich in üblicher Ableitung zur Berechnung eines Dreikomponentensystems für die einzelnen Komponenten die Partialdrucke:

$$P_{B_2H_6} = \frac{16{,}69 - (E_{5{,}35} \cdot 10^3)\,(0{,}067)}{48{,}18},$$

$$P_{BCl_3} = \frac{(E_{10{,}24} \cdot 10^3) - 3{,}33 P_{B_2H_6}}{16{,}69},$$

$$P_{BHCl_2} = \frac{(E_{8{,}98} \cdot 10^3) - 0{,}010\ P_{B_2H_6}}{20{,}55}.$$

Im Vergleich zur naßchemischen Analyse sind die IR-spektroskopischen Ergebnisse recht befriedigend. Wegen der hohen Empfindlichkeit der Borverbindungen gegen organische Substanzen ist für die Analysentechnik ein von organischer Substanz völlig freier Innenraum der Meßzelle notwendig. Die Arbeit enthält die IR-Spektren von Diboran und Trichlorboran von 2—15 μ. Das IR-Spektrum von Dichlorboran konnte wegen des leichten Zerfalls von Dichlorboran in Trichlorboran und Diboran nicht exakt gemessen werden. Der Extinktionskoeffizient E_{BHCl_2} bei 8,98 μ wurde indirekt nach naßchemischer Analyse des Gemisches berechnet.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1480—1484 (1960). Central Analyt. Serv. Res., Olin Mathieson Chem. Corp., New Haven, Conn. (USA). H. Specker

Bestimmung von Aluminium, Beryllium und Chrom nebeneinander. Durch Verwendung flüchtiger β-Diketonchelate konnten W. J. Biermann und H. Gesser[1] den *Anwendungsbereich der Gaschromatographie* weiter ausdehnen, der bei der Metallanalyse bisher auf flüchtige anorganische Salze beschränkt war. Die Verff. bestimmten aus acetylacetonischer Lösung Beryllium und Aluminium als Acetylacetonate, $Al(AA)_3$ bzw. $Be(AA)_2$ mit einem Pye-Argon-Gaschromatographen mit Ionisationsdetektor. Glasperlensäulen nach C. Hishta, J. P. Merserly, R. F. Reschke, D. H. Frederichs und W. D. Cook[2] erlaubten die Auswaschung der Komplexe bei Temperaturen, bei denen mit Sicherheit die thermische Zersetzung der Komplexe unbedeutend war (105 bzw. 145°C). Die Acetylacetonate von Aluminium und Chrom $[Cr(AA)_3]$ konnten ausgezeichnet aus Tetrachlorkohlenstoff getrennt werden.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1525—1526 (1960). Dep. Chem., Univ. Manitoba, Winnipeg, Manitoba (Canada). — [2] Analyt. Chemistry **32**, 880 (1960).
S. Eckhard

Die spektrophotometrische Bestimmung kleiner Mengen von Yttrium kann nach J. P. Young, J. C. White and R. G. Ball[1] mit Brenzcatechinviolett ausgeführt werden, wobei im Gegensatz zu dem Reagens Arsenazo[2] Magnesium und die Erdalkalien nicht stören. — *Durchführung.* Nicht mehr als 15 ml der Probe mit maximal 45 μg Y werden in einem 50 ml-Becherglas mit 1 ml 8%iger Ascorbinsäurelösung, 2 ml 0,6%iger Gelatinelösung, 1 ml 0,05%iger Brenzcatechinlösung und 2 ml 30%iger Ammoniumacetatlösung versetzt. Durch Zusatz von Ammoniak wird ein p_H-Wert von 8,5 $\pm$ 0,1 eingestellt. (In Gegenwart von Ni wird erst auf $p_H > 5$ gebracht, dann 1 ml 2%ige KCN-Lösung zugefügt und dann der endgültige p_H-Wert eingestellt). Die Lösung wird in einen 25 ml-Meßkolben gebracht

und aufgefüllt. Die Vergleichslösung wird unter Zusatz aller Reagentien analog hergestellt. Die Messung erfolgt bei 665 nm. — *In Gegenwart vom Th, U und Zr* wird die Lösung, deren Volumen maximal 10 ml betragen soll, die 8—450 μg Y enthalten darf und die 7 m an HCl sein muß, mit 5—10 ml einer 0,1 m Lösung von Tri-n-octylphosphinoxid (TOPO) in Cyclohexan 10 min lang extrahiert, wozu der von HORTON und WHITE[3] beschriebene Apparat verwendet werden kann. Zur Bestimmung werden 6 ml der wäßrigen Phase wie oben weiterbehandelt. — Die Reihenfolge der Zugabe der Reagentien ist kritisch und muß daher eingehalten werden. Die Seltenen Erden, Sc, V, Cr, Phosphat und mehr als die doppelte Menge Fluorid stören. Alkalien, Erdalkalien, Ni, Zn, Nitrat und Sulfat sind ohne Einfluß; die Störung durch Fe, Sn, und U kann durch Extraktion mit TOPO völlig ausgeschaltet werden, während Zr, Th und Mo so weit entfernt werden, daß der Fehler der Bestimmung unter 5% liegt. Die Methode ist möglicherweise mit einem positiven systematischen Fehler behaftet.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 928—930 (1960). Analyt. Chem. Div., Oak Ridge Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA). — [2] FRITZ, J. S., M. J. RICHARD u. W. J. LANE: Analyt. Chemistry **30**, 1776 (1958); vgl. diese Z. **169**, 131 (1959). — [3] HORTON, C. A., u. J. C. WHITE: Analyt. Chemistry **30**, 1780 (1958); vgl. diese Z. **169**, 135 (1959).

L. J. OTTENDORFER

Der thermische Zerfall von Uranylcarbonat und von 4 Natriumuranylcarbonaten wurde von L. G. STONHILL[1] thermogravimetrisch und durch differentielle Termoanalyse untersucht mit dem Ergebnis, daß UO_2CO_3 bei etwa 600° C in UO_3 und CO_2 zerfällt, während die Natriumuranylcarbonate in 2 Stufen zerfallen, nämlich bei 420—440° C unter Bildung von $Na_2U_2O_7$, das bei 810—850° C in Na_2UO_4 übergeht (weitere Zersetzungsprodukte sind Na_2CO_3 und CO_2).

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 423—427 (1960). Eldorado Mining a. Refining Ltd., Ottawa, Ont. (Canada). H. KURTENACKER

Thallium. I. P. ALIMARIN und I. KRAUSZ[1] beschreiben mikroanalytische Bestimmungsmethoden von Thallium. Zur gravimetrischen Bestimmung werden 0,4—2 mg Thallium aus heißer, neutraler oder mit Natriumacetat gepufferter Lösung mit Natriumtetraphenyloborat gefällt, am Wasserbad bis zum Flockigwerden des Niederschlags stehen gelassen, nach Erkalten durch eine Glasfritte filtriert und 1 Std bei 120° C getrocknet. Neben Cadmium und Zink kann die Bestimmung nach Zusatz von ÄDTA ausgeführt werden. Zur maßanalytischen Bestimmung wird die Lösung mit 0,01 n Natriumtetraphenyloboratlösung versetzt und der Überschuß in Gegenwart von Eosin unter Verwendung einer Vergleichslösung mit 0,01 n Silbernitratlösung gemessen. Unter gleichen Verhältnissen kann auch eine Tetraphenylobornatrium-Meßlösung mit der Thallium enthaltenden Lösung titriert werden.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **66**, 262—263 (1960) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.) Inst. Analyt. Anorgan. Chem., Univ. Budapest (Ungarn). J. PLANK

Eine radiometrische Methode zur Thalliumbestimmung mit ^{60}Co-markiertem Kobalthexammintrichlorid schlägt H. KOCH[1] vor und gibt für die Konzentrationsbereiche 0,1—1,2 mg Tl; 1,0—10,0 mg Tl und 5,0—50,0 mg Tl entsprechende Verfahren an. Das Thallium muß zunächst quantitativ in die dreiwertige Oxydationsstufe übergeführt werden. Hierzu erwärmt man die Analysenlösung mit 2 ml Chlorwasser und dampft sie danach auf ein Volumen von etwa 2 ml ein, wobei sich die Lösung auf einen p_H-Wert von etwa 3 einstellt. Je nach der angewandten Arbeitsmethode wird nun eine schwach salzsaure Lösung des ^{60}Co-markierten Kobalthexammintrichlorides zugegeben und über Nacht stehen gelassen. Man

zentrifugiert oder filtriert den Niederschlag ab und bestimmt die Aktivitätsrate eines bekannten Anteiles des Filtrates durch Messung im Flüssigkeitszählrohr. Im Interesse einer möglichst geringen Fehlerbreite soll ein konstantes Endvolumen bei geringem Gesamtvolumen angestrebt werden. Die Thalliumbestimmung führt sowohl nach dem Prinzip der konstanten Reagensvorlage als auch nach der Arbeitsweise mit konstanter Analysensubstanz zu einwandfreien Kurven mit scharfen Äquivalenzpunkten. Über die graphische bzw. rechnerische Auswertung lassen sich weniger als 0,5 mg Tl innerhalb einer Fehlerbreite von $< \pm 1\%$ erfassen, wobei bereits 2 Meßpunkte völlig ausreichen. Die Leistungsfähigkeit des Bestimmungsverfahrens wird durch eine Anzahl von Belegwerten in verschiedenen Konzentrationsbereichen demonstriert.

[1] Kernenergie **3**, 609—612 (1960). Inst. angew. Radioaktivität, Leipzig.
A. Spang

Die Reaktion von Germanium mit Cyanidinchlorid, Naringenin, Tiron, Alizarin S, Hämatoxylin, Hämatein und 4′-Hydroxyphenylfluoron untersucht T. Kanno[1]. Tiron und Alizarin S werden in Wasser, die anderen in Methanol gelöst. Die Reagenskonzentration in der Versuchslösung, die 1—2 μg Ge/ml (bei Tiron 10 μg) enthält, beträgt $0{,}5-1{,}4 \cdot 10^{-4}$ Mol/l. Die Umsetzungen werden entweder in 1—3 n salzsaurer Lösung oder bei p_H 6—7 vorgenommen. Cyanidinchlorid reagiert nur in neutraler Lösung. Die entstehende Komplexverbindung hat ein Absorptionsmaximum bei 580 nm. Ebenso bilden Tiron (253 und 308 nm) und Alizarin S (454 nm) nur in neutraler Lösung Komplexe. Hämatein und 4′-Hydroxyphenylfluoron treten sowohl in saurer als auch in neutraler Lösung mit Germanium zu Komplexen zusammen, jedoch entstehen bei den verschiedenen p_H-Werten verschiedene Komplexe, wie aus den Unterschieden der Absorptionsmaxima hervorgeht (Hämatein neutral 512 und 592 nm, sauer 570 nm; 4′-Hydroxyphenylfluoron 532 bzw. 505 nm). Hämatoxylin reagiert in saurer Lösung nicht, in neutraler Lösung tritt Zersetzung ein, während Naringenin sich weder in saurer noch in neutraler Lösung mit Germanium umsetzt. Die Versuche zeigen, daß in neutraler Lösung Reaktion mit o-Phenylgruppen stattfindet, in saurer Lösung dagegen mit den o-ständigen Hydroxycarbonylgruppen.

[1] Sci. Rep. Res. Inst. Tôhoku Univ., Ser. A, **12**, 175—181 (1960). Res. Inst. Mineral Dressing Metallurgy, Univ. Tôhoku (Japan). G. Denk

Zur gravimetrischen Bestimmung von Blei empfehlen P. Stefanescu und I. Stefanescu[1] die Fällung mit Resorcin. — *Arbeitsweise.* 20—30 ml der Lösung werden tropfenweise mit einer ammoniakalischen Resorcinlösung versetzt (10 g Resorcin und 10 ml 20%iges Ammoniak werden gemischt und mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt). Man gibt 2—3 ml der Reagenslösung im Überschuß zu, filtriert den abgesetzten Niederschlag ab, wäscht einige Male mit Wasser, 5—6 mal mit Äthanol und 4—5mal mit 2—3 ml Äther. Dann trocknet man 15 min im Vakuumexsiccator und wägt als $PbC_6H_4O_2$ (Umrechnungsfaktor auf Pb = 0,66032). Sn, Bi, Fe, Zn, Cu und Sb stören die Fällung nicht.

[1] Zavodskaja Laborat. **26**, 1080 (1960) [Russisch]. „Petrochim"-Inst. Ploešti (Rumänien). H. Wunderlich

Hydroxylamin läßt sich nach K. Burger, F. Gaizer und E. Schulek[1] durch *Oxydation mit Bromchlorid*, welches aus einer Bromid-Bromatlösung mit Salzsäure entwickelt wird, maßanalytisch bestimmen. Die Reaktion verläuft quantitativ nach der Gleichung: $NH_2OH + 3BrCl + 2H_2O = HNO_3 + 3HBr + 3HCl$. Der Überschuß an BrCl wird jodometrisch zurücktitriert. 3—12 mg Hydroxylammoniumchlorid können mit einem Fehler von $\pm$ 0,5% ermittelt werden. — Es

wird ferner die Oxydation von Hydroxylamin durch elementares Chlor und durch Bromid-Bromat untersucht. — *Ausführung.* Die Probelösung mit 3—12 mg $NH_2OH \cdot HCl$ versetzt man mit so viel 0,1 n Bromatlösung (2,7835 g $KBrO_3$ + 3,9670 g KBr im Liter), daß mindestens ein 100%iger Überschuß vorhanden ist, verdünnt auf 30—40 ml und versetzt mit 5—10 ml 20%iger Salzsäure. Nach 5 min fügt man 10 ml frisch bereitete 5%ige KJ-Lösung hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod mit 0,1 n Thiosulfatlösung gegen Stärke zurück. 1 ml $KBrO_3$-Lösung entspricht 1,1583 mg $NH_2OH \cdot HCl$.

[1] Talanta (London) **5**, 97—101 (1960). Inst. anorg. und analyt. Chem., L. Eötvös Univ., Budapest (Ungarn). G. Denk

Zur Bestimmung von Nitrit in Mengen unter 20 µg/ml in saurer Lösung schlagen L. S. Bark und R. Catterall[1] *N-2-Amino-phenyl-morpholin* (NAPM) und *N-2-Amino-phenyl-piperidin* (NAPP) vor. Die Hydrochloride dieser Verbindungen entwickeln in wäßriger Lösung mit Nitritionen eine intensiv orange Farbe. Während NAPM bei Zimmertemperatur mit Nitrit sofort die größte Farbintensität zeigt, dauert dies mit NAPP bei 18° C etwa 40 min und bei 30° C etwa 25 min. Die Färbung mit dem erstgenannten Reagens nimmt im Tageslicht bei 40° C nach 2 Std um weniger als 7% ab. Im Dunkeln bei Zimmertemperatur aufbewahrt, beträgt die Abnahme der Farbintensität für beide Reagentien nach 24 Std nur 1%. Das Absorptionsmaximum liegt für NAPM bei einer Wellenlänge von 435 nm, für NAPP bei 445 nm. Der molare Extinktionskoeffizient ist für beide Verbindungen annähernd gleich. 0,2—20 µg NO_2/ml können bei 1 cm Schichtdicke bestimmt werden. Die Nachweisempfindlichkeit beträgt 0,05 µg NO_2^-/ml in 1 cm Schichtdicke. Die Reaktion wird durch bis zu 200fachen Reagensüberschuß in der Untersuchungslösung nicht beeinflußt. Ein Überschuß an Säure stört ebenfalls nicht. Oxydierende Substanzen wie z. B. H_2O_2, MnO_4- und VO_2^{2+}-Ionen in Mengen von 100 µg/ml beeinflussen die Reaktion während des Stehens bei Zimmertemperatur, Fe^{3+}, Ce^{4+} und $Cr_2O_7^{2-}$ rufen in Mengen von 25 µg/ml sofortige Störung hervor. Eisen kann vor Zugabe der Reagenslösung mit Fluorid maskiert werden.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 553—558. Dept. Chem. and appl. Chem., Royal Techn. Coll., Salford, Lancs. (England). Annemarie Hollstein

Ein maßanalytisches Verfahren zur Bestimmung von Phosphat- und Sulfationen nebeneinander, besonders in Kunstdünger, beschreiben E. Bakács-Polgár und L. Szekeres[1]. Durch Anwendung von ÄDTA und DCTA (Komplexon IV) werden die Eisen-, Aluminium-, Calcium- und Magnesiumionen maskiert und die Phosphat- und Sulfat-Ionen mit Magnesiumchlorid- bzw. Bariumchlorid-Maßlösungen titriert. — *Ausführung.* Man löst 10 g Superphosphat in heißer 15%iger Salzsäure, filtriert in einen 500 ml-Meßkolben, füllt auf und entnimmt 10 ml. Die Lösung wird in Gegenwart von Methylorange mit Ammoniak so lange vermischt, bis schwache Trübung erscheint, aber die rote Farbe des Indicators noch besteht. Dann gibt man 3—5 ml 0,1 m DCTA Lösung zu, kocht auf und setzt 9—10 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung zu. Zur erkalteten Lösung wird Eriochromschwarz T gegeben und dann konz. Ammoniak bis zum Erscheinen einer blaugrünen Farbe zugefügt. Nach Zugabe von 3 ml Pufferlösung (50 g Ammoniumchlorid + 400 ml konz. Ammoniak im Liter) wird mit 0,1 m Magnesiumchloridlösung der Überschuß von Komplexon weggenommen, und nach Zugabe von 5 ml Alkohol wird bis zur rotvioletten Färbung weitertitriert. Der letzte Verbrauch an Maßlösung ergibt den Phosphatgehalt. Die Übergangsfarbe des Indicators wird nun mit einigen Tropfen ÄDTA in Blau umgewandelt, der Alkoholgehalt der Lösung auf etwa 40% erhöht

und unter kräftigem Schütteln wird mit der 0,1 m Bariumchlorid-Maßlösung auf Rotviolett titriert. Vom Volumen der verbrauchten Bariumchloridlösung wird die Menge der zum Blaufärben der Lösung verwendeten ÄDTA-Lösung abgezogen und so die Sulfatmenge ermittelt. Die Genauigkeit ist befriedigend.

[1] Magyar Kémikusok Lapja **15**, 460—462 (1960) [Ungarisch]. Veterinär-Hochschule Budapest u. Agrarwiss. Univ. Gödöllö (Ungarn). J. Plank

Das Austauschverhalten von Mangan(II)-ionen und von Erdalkaliionen zwischen ihren wäßrigen, überschüssige Äthylendiamintetraessigsäure (ÄDTA) bzw. 1,2-Diaminocyclohexan-N,N,N′,N′-tetraessigsäure (DCTA) enthaltenden Lösungen und dem stark sauren Kationenaustauscher Amberlite IR-120 in Abhängigkeit vom p_H-Wert ist Gegenstand einer Untersuchung von P. Povondra, R. Přibil und Z. Šulcek[1]. Die von den Verff. gemessenen Sorptionskurven zeigen, daß die Kationen entsprechend den thermodynamischen Bildungskonstanten K und der p_H-Abhängigkeit der scheinbaren Bildungskonstanten K' ihrer ÄDTA- und DCTA-Komplexe aus sauren Lösungen mit p_H-Werten < 2 vollständig am Austauscher adsorbiert werden. Im allgemeinen werden die Kationen aus den Lösungen der stabileren DCTA-Komplexe weniger leicht adsorbiert als aus denjenigen der ÄDTA-Komplexe. Eine Ausnahme macht das Barium, das aus seinem DCTA-Komplex wesentlich leichter adsorbiert wird als aus dem ÄDTA-Komplex. Die Verff. führen dieses anomale Verhalten, das aber mit dem p_H-Verlauf von K' im Einklang steht, auf die besondere Sorbierbarkeit der Bariumionen an den Sulfonsäuregruppen des Austauschers zurück. Während die Ionen von Magnesium, Calcium und Strontium schon bei p_H-Werten unterhalb 4,5—6, die des Bariums bei noch höheren p_H-Werten aus ihren Komplexlösungen vollständig adsorbiert werden, findet beim Mangan ein merklicher Austausch erst in stärker sauren Lösungen mit p_H-Werten zwischen 5 (keine Adsorption) und 2 (vollständige Adsorption) statt. Aus diesem Verhalten leiten die Verff. die folgende *Vorschrift* zur *Abtrennung des Calciums und des Magnesiums vom Mangan* und zu deren maßanalytischer Bestimmung ab: Die schwach saure, Mangan, Calcium und Magnesium enthaltende Probenlösung wird mit einem auf den Mangangehalt bezogenen, etwa 10%igen Überschuß einer auf p_H 8 eingestellten 0,05 m DCTA-Lösung versetzt, nach Zugabe von 25 ml einer 0,5 m Acetatpufferlösung auf einen p_H-Wert zwischen 4 und 4,4 eingestellt und mit Wasser zu 100 ml verdünnt. Diese Lösung läßt man durch die mit Pufferlösung vorgewaschene Austauschersäule fließen (5 ml/min · cm²) und wäscht dann 2mal mit je 5 ml Pufferlösung und danach mit 50 ml Wasser nach. Das Mangan geht quantitativ ins Filtrat. Das an der Säule adsorbierte Calcium und Magnesium eluiert man mit einem abgemessenen Überschuß einer auf p_H 11,5 eingestellten 0,05 m ÄDTA-Maßlösung. Durch Rücktitration des ÄDTA-Überschusses im Eluat mit einer Zink- oder Magnesiumsalzlösung erhält man den Calcium- und Magnesiumgehalt der Probenlösung als Summe. Die Fehler der mitgeteilten Beleganalysen von manganreichen (140 mg) Calcium- (4—40 mg) und Magnesiumlösungen (2,5—25 mg) liegen zwischen −0,06 und +0,14 mg Magnesium bzw. zwischen +0,02 und +0,39 mg Calcium.

[1] Talanta (London) **5**, 86—91 (1960). Anal. Lab., Chem. Inst. Akad. Wiss., und Geolog. Zentralinst., Prag (ČSSR). H. Hartkamp

Eisen. G. C. Krijn und G. den Boef[1] *trennen Eisen von den Elementen der II. und III. Gruppe und bestimmen* es nach folgender *Methode*: In einem 15 ml-Zentrifugenglas fügt man zu 5 ml der Lösung, die 0,15—5 mg Eisen enthält, 2—4 Tr. 36%ige Salzsäure, 4 Tr. 6%ige TAA-Lösung (Thioacetamid) und erhitzt in einem Wasserbad bis zum Koagulieren des Niederschlages (etwa 15—30 min),

der die Elemente der II. Gruppe als Sulfide enthält. Er wird durch eine G4-Glasfritte filtriert, die auf einem anderen Zentrifugenglas steckt und 3mal mit 1 ml Wasser nachgewaschen. Um TAA zu zerstören und Schwefelwasserstoff zu vertreiben, wird das Zentrifugenglas mit der Lösung erneut im Wasserbad erhitzt. Nach Abkühlung oxydiert man Eisen mit 0,5 ml gesätt. Bromwasser, verkocht den Bromüberschuß und neutralisiert nach dem Abkühlen mit 20%iger Kalilauge. Ein etwa entstandener Niederschlag ist in möglichst wenig Salzsäure zu lösen. Man versetzt dann mit 1 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung (in Anwesenheit von mehr als 2,5 mg Ni oder Co mit 1 ml mehr für je 0,1 mMol dieser Metalle). Ist Chrom vorhanden, so muß 30 min in einem Wasserbad von 90°C erhitzt werden, um den stabilen Chrom-(III)-ÄDTA-Komplex zu erhalten. Nach Abkühlung bringt man die Lösung mit 1 ml Ammoniak-Ammoniumchlorid-Pufferlösung auf p_H 10 oder besser 11 und fällt die Hydroxyde von Eisen, Magnesium und Aluminium mit 1 ml 0,3 m $CaCl_2$-Lösung, indem man zuerst 30 min im Wasserbad von 95°C und danach 10 min bei 100°C erhitzt. Nach dem Zentrifugieren wird 2mal mit leicht ammonialkalischem, ammoniumchloridhaltigem Wasser gewaschen. Den Niederschlag löst man in einigen Tropfen 10 n Salzsäure, wenn nötig unter Erhitzen in einem Glycerinbad von 105°C. — Man bringt die Lösung in einen 100 ml-Meßkolben (bei 0,15—0,3 mg Eisen in einen 50 ml-Meßkolben), gibt 8—10 ml einer 0,1 m ÄDTA-Lösung und 3 ml 25%iges Ammoniak hinzu, schüttelt, versetzt mit 3 ml 30%iger Wasserstoffperoxidlösung, füllt bis zur Marke auf und mißt die Extinktion der violetten Lösung bei 525 nm. — Auch sehr kleine Mengen Eisen können unter diesen Bedingungen bestimmt werden. Der Fehler liegt bei 0,15 mg Eisen zwischen $-0{,}5\%$ und -3%, bei 0,3 mg Eisen zwischen $\pm 0\%$ und $+6\%$.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 240—245 (1960). Lab. Anal. Chem., Univ. Amsterdam (Niederlande). Annemarie Hollstein

Photocolorimetrische Eisenbestimmung mit Natriumazid. K. Kapitańczyk, Z. Kurzawa und Z. Prymiński[1] haben festgestellt, daß die durch den Umsatz von Fe^{3+}-Ionen mit Natriumazid entstehende blutrote Färbung, besonders in Anwesenheit von überschüssigem Azid, im p_H-Bereich von 4—5,8 stundenlang beständig und dadurch zur colorimetrischen Eisen(III)-bestimmung geeignet ist. Der farbbildende Komplex $(FeN_3)^{2+}$ (mit Äthyläther nicht extrahierbar) weist bei p_H 4,5 die höchsten Extinktionswerte auf; Tageslicht bewirkt keine Änderungen der optischen Eigenschaften. Bei $p_H > 5{,}8$ tritt allmählich Trübung durch Fällung von basischem Eisenazid auf. Die Azidreaktion ist ebenso empfindlich wie die Rhodanidreaktion; die Extinktionskurven der beiden Farblösungen sind identisch. Die Azidmethode eignet sich besonders zu Eisenbestimmungen in eisenarmen Messingen, in natürlichen Wässern und in industriellen Abwässern. Bei der Bestimmung stören: Kupfer (in Mengen >2 mg/l), Nickel, Kobalt, Chrom (alle in Mengen >50 mg/l), ferner Bi-, Sn-, Ti- und Pb-Salze, die im angeführten p_H-Bereich einer Hydrolyse unterliegen. Von den Anionen bewirken die Tartrate, Phosphate und Fluoride die Entfärbung der Lösung; dagegen sind die Cl^--, SO_4^{2-}- und NO_3^--Ionen (auch in Mengen >100 g/l) auf die Farbbeständigkeit der Lösung ohne Einfluß. — *Ausführung.* Etwa 50 ml der 0,05—0,4 mg Fe^{III} enthaltenden Lösung werden mit 30 ml 0,1 n Salzsäure angesäuert und nach Zusatz von 5 ml 10%iger NaN_3-Lösung mit Wasser bis zum Endvolumen von 100 ml ergänzt. Die Extinktion kann anschließend z. B. im Lange-Colorimeter gemessen werden. Der Eisengehalt wird der unter gleichen Bedingungen gewonnenen Eichkurve entnommen. Etwa vorhandenes zweiwertiges Eisen wird vor der Bestimmung mit Salpetersäure zu Eisen(III) oxydiert. Bei Verwendung von Wasserstoffperoxid als Oxydationsmittel ergeben sich keine reproduzierbaren Eisenwerte. — Die beschriebene

Methode liefert für den Konzentrationsbereich von 0,02—2 mg Fe/100 ml Probe Resultate, die mit denen des Rhodanidverfahrens sehr gut übereinstimmen.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 413—417 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Polytechnik, Poznań (Polen). M. Hřivnáč

Eine gemeinsame spektrophotometrische Eisen- und Kupferbestimmung mit Methyl-2-pyridyl-ketoxim haben D. K. Banerjea und K. K. Tripathi[1] ausgearbeitet. Das Reagens bildet im alkalischen Medium mit Eisen(II) einen rotviolett gefärbten Komplex, mit Kupfer(I) und Kupfer(II) durch Reduktion vom Reagensüberschuß eine gelbgrüne Färbung. Die Absorptionsmaxima liegen bei 525 bzw. 410 nm. Der optimale p_H-Bereich für die Entwicklung der Eisenfärbung reicht von 10,5—14 und für Kupfer von 10,0—11,7. Die Farbentwicklung erfolgt bei Raumtemperatur sofort. Die Färbungen sind mindestens 24 Std beständig. Das Beersche Gesetz ist von 0,05—10 μg Fe/ml und 0,5—37 μg Cu/ml erfüllt. Es handelt sich in beiden Fällen um anionische Metallkomplexe in der Zusammensetzung Metall : Reagens = 1 : 3 für Eisen(II) und 1 : 2 für den Cu^{I}-Komplex. In Gegenwart von 5% Kalium-Natriumtartrat stören nicht: 800 μg Ca/ml, 500 μg/ml von Al, Pb, Sb, Mo^{VI}, W^{VI}, Zn, 400 μg/ml von Bi, Cd, Hg^{II}, Th, Zr, 200 μg Ti/ml und Mg, 80 μg Be/ml und geringe Mengen Cr^{IV} und U^{VI}. Ni, Co, Mn und V^{V} stören in beiden Fällen sehr und müssen abwesend sein. Bei den Anionen sind 1000 μg/ml Chlorid, Nitrat, Sulfat, Carbonat, Acetat, Citrat und Tartrat, 800 μg Fluorid/ml, 400 μg Borat und Oxalat/ml und 200 μg Phosphat und Arsenat/ml zulässig. Cyanide und ÄDTA stören sehr in allen Konzentrationen. Für die gemeinsame Bestimmung hat sich folgende *Arbeitsweise* bewährt: 5 ml der eisen- und kupferhaltigen Lösung werden mit 1 ml 2 n Schwefelsäure und 5 ml 5%iger Kaliumjodidlösung versetzt und 5—10 min im Dunkeln stehen gelassen. Dann wird bis zum Verschwinden der gelben Jodfärbung tropfenweise mit etwa 0,05n Thiosulfatlösung und mit 1—2 Tr. im Überschuß versetzt. Nach Zusatz von 5 ml 0,5%iger frisch bereiteter Reagenslösung (Herstellung aus Methyl-2-pyridyl-keton und einer Lösung von Hydroxylaminhydrochlorid und Natriumcarbonat; mehrfaches Umkristallisieren aus heißem Wasser. Fp 120° C) wird mit etwa 20 ml Wasser verdünnt, der p_H-Wert mit Natronlauge auf etwa 11 eingestellt und auf 25 ml im Meßkolben aufgefüllt. Die Messung erfolgt bei 410 und 525 nm je nach Konzentration in 5—20 mm Schichtdicke gegen Wasser. Mit Eisen- und Kupfertestlösungen wurden die molaren Absorptionskoeffizienten für E_{Fe}^{410nm} mit 4150, E_{Fe}^{525nm} mit 11370, E_{Cu}^{525nm} mit 284,3 und E_{Cu}^{410nm} mit 3196 ermittelt. Aus nachfolgenden Gleichungen lassen sich die molaren Konzentrationen errechnen

$$\text{Absorption}^{410nm} = [Fe] \cdot E_{Fe}^{410nm} + [Cu] \cdot E_{Cu}^{410nm}$$
$$\text{Absorption}^{525nm} = [Fe] \cdot E_{Fe}^{525nm} + [Cu] \cdot E_{Cu}^{525nm}$$

Die Bestimmungen wurden in einem Mischungsverhältnis Fe : Cu von 1 : 13 bis 6 : 1 mit sehr guter Reproduzierbarkeit ausgeführt.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1196—1200 (1960). Dep. Inorg. and Anal. Chem., Ind. Assoc. Cult. Sci. (Indien). H. Pohl

III. Analyse organischer Stoffe

2. Qualitative und quantitative Analyse

Zur Identifizierung von organischen Verbindungen durch Gaschromatographie empfehlen R. Bassette und C. H. Whitnah[1], die in Frage kommende Verbindungsklasse durch ein spezifisches Reagens zu entfernen und das Chromatogramm vor und nach der Reaktion zu vergleichen. Die Methode wurde mit

Natriumhydrogensulfit (als Reagens für Carbonylverbindungen) und mit Quecksilber(II)-chlorid (als Reagens für Mercaptane) getestet. In der Testlösung befanden sich Aldehyde, Alkohole, Ketone sowie ein Mercaptan. — *Arbeitsweise. Nachweis von Carbonylverbindungen.* 1 ml der wäßrigen 2%igen Probelösung wird mit 0,4 g festem Natriumbisulfit versetzt, 15 min stehen gelassen und mit 3 ml Tetrachlorkohlenstoff extrahiert. Von dem Extrakt werden 30 μl chromatographiert [fixe Phase: Dinonylphthalat auf Chamotte (30—60 mesh); mobile Phase: Helium]. Zum Vergleich extrahiert man auch die ursprüngliche Probelösung und chromatographiert sie. Die fehlenden Zacken weisen auf Carbonylverbindungen hin. — *Nachweis von Mercaptanen.* 1 ml der Probelösung wird mit 0,4 g festem Quecksilber(II)-chlorid versetzt, 30 min stehen gelassen und mit 3 ml Tetrachlorkohlenstoff extrahiert. Der Extrakt wird chromatographiert.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1098—1100 (1960). Depts. Dairy Husbandry and Chemistry, State Univ. Manhattan, Kan. (USA). G. Kainz

Bei der Acetylgruppenbestimmung zur Strukturaufklärung organischer Verbindungen verwenden R. H. Benson und R. B. Turner[1] mit ^{14}C markiertes Essigsäureanhydrid. Dadurch erübrigen sich gegenüber den klassischen Verfahren die Hydrolyse der Acetylderivate, die Destillation sowie die Titration, außerdem kann das acetylierte Material unverändert für weitere Arbeiten benutzt werden. — An der Carboxylgruppe markiertes Anhydrid wird mit 90% Ausbeute aus geschmolzenem ^{14}C-Natriumacetat und Acetylchlorid durch 24stündiges Rückflußkochen in trockenem Äther dargestellt. — *Arbeitsweise.* 1 mMol Substanz wird in 1 ml wasserfreiem Pyridin mit 2 mMol markiertem Anhydrid je erwarteter Hydroxygruppe versetzt und 4 Std auf 125° C erhitzt. Nach Abkühlen gießt man die Mischung in 50 ml kaltes Wasser und spült mit 50 ml Äther in einen Schütteltrichter. Die Ätherschicht wird 3mal mit verd. Salzsäure, 1mal mit verd. Natronlauge extrahiert, mit Wasser und gesätt. NaCl-Lösung gewaschen, durch wasserfreies Na_2SO_4 gefiltert und getrocknet. Nach dem Vertreiben des Äthers werden nicht kristallisierende Produkte in Benzol gelöst und an 15 g aktivierter Kieselsäure chromatographiert. Das acetylierte Produkt wird durch Benzol-Chloroform eluiert. — Die Acetylierung kann auch in Gegenwart von Natriumacetat durchgeführt werden: 0,1 ml markiertes Anhydrid wird mit etwas weniger als der theoretischen Menge 1 n Natronlauge versetzt, das Gemisch getrocknet, geschmolzen und fein vermahlen. Dazu gibt man 1 mMol der Probe und 2 mMol markiertes Anhydrid je erwarteter Hydroxygruppe, erhitzt 4 Std auf 125° C und verfährt wie beschrieben, unterläßt jedoch die Extraktion mit Salzsäure. — Zur Messung der Radioaktivität werden 5—20 mg des Acetylprodukts in Dimethylformamid zu 1 ml gelöst und davon 0,5 ml im Durchflußzähler gemessen. Bei Verwendung eines Flüssigkeitsscintillationszählers ist die erforderliche Probenmenge noch geringer. Die Genauigkeit beträgt 1—4%.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1464—1465 (1960). Radioisotope Res. Lab., Veterans Administ. Hosp., Houston, Tex. (USA). A. Niemann

Zur quantitativen Bestimmung verschiedener Epoxide in wäßriger oder organischer Lösung benutzt B. J. Gudzinowicz[1] Dodecanthiol. Man mischt 2 bis 2,5 mval Epoxid und 40 ml 0,1 n Dodecanthiollösung (hergestellt nach Beesing[2]) in einer 250 ml-Jodierungsflasche. Nach Zugabe von 3 ml alkoholischer Kalilauge bis zur alkalischen Reaktion wird die Flasche verschlossen, geschüttelt und 20 min sich selbst überlassen. Die Reaktion wird dann durch Zugabe von 10 ml Eisessig und 100 ml Propanol-2 beendet. Unmittelbar darauf wird mit 0,1 n Jodlösung[2] bis auf schwach Gelb (mindestens 30 sec bleibend) titriert. Man läßt reine Dodecan-

thiollösungen mitlaufen (Einfluß von O_2) und titriert außerdem Dodecanthiol ohne Zusatz von alkoholischer Kalilauge, aber mit Eisessig und Propanol-2. Die Methode gibt bessere Werte als die Magnesiumchlorid-Salzsäure-Methode[3]. Sie ist nicht so exakt wie die Perchlorsäure-Natriummetaperjodat-Methode[3], aber schneller als diese. Für eine exakte Endpunktbestimmung sollte mindestens ein 5facher Überschuß an Propanol-2 verwendet werden. Bei Mischungen von Epoxiden und α-β-ungesättigten Verbindungen erhält man den Epoxidgehalt aus der Differenz der Dodecanthiol-Methode und einer getrennten Bestimmung der ungesättigten Verbindungen. Bei höheren Epoxiden erhält man gute Ergebnisse bei reinen Proben und ihren Lösungen in Benzol. Es stören Formaldehyd und Acetaldehyd, sowie H_2O_2.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1520—1522 (1960). Petrochem. Dep., Nat. Res. Corp., Cambridge, Mass. (USA). — [2] Beesing, D. W., W. P. Tyler, D. M. Kurtz u. S. A. Harrison: Analyt. Chemistry **21**, 1073 (1949); vgl. diese Z. **131**, 296 (1950). — [3] Eastham, A. M., u. G. A. Latremouille: Canad. J. Res. B **28**, 264 (1950).

A. Niemann

Über die titrimetrische Bestimmung von stickstoff- und carboxylhaltigen silicoorganischen Verbindungen in nichtwäßrigem Medium berichten A. P. Kreškov, V. A. Drozdov und E. G. Vlasova[1]. Der Äquivalenzpunkt wird potentiometrisch oder visuell mit Farbindicator erkannt. — *Stickstoffhaltige silicoorganische Verbindungen.* Die Einwaage (0,04—0,1 g), gelöst in 6 ml Acetonitril oder Nitromethan und verdünnt mit 6 ml Benzol oder Dioxan, wird mit einer 0,1 n Lösung von $HClO_4$ in wasserfreiem Eisessig titriert. Eingestellt wurde die Säure mit umkristallisiertem Kaliumbiphthalat, welches vorher bei 105° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet worden war. Bei der potentiometrischen Titration (Glas- u. Kalomelelektrode) treten am Äquivalenzpunkt im Mittel Potentialsprünge von 100 mV auf. Auf 1 Mol der silicoorganischen Verbindung (1 Atom Si) wird 1 Mol $HClO_4$ verbraucht. Als Farbindicatoren können 0,5%ige Acetonitril-Lösungen von Kristallviolett, Bromkresolpurpur, Bromphenolblau, Kresolrot oder Dimethylaminoazobenzol dienen, oder auch gesätt. Acetonitrillösungen von Thymolblau, Methylrot oder Dimethylorange. Die Genauigkeit beträgt etwa $\pm$ 1,5%. — *Carboxylhaltige silicoorganische Verbindungen.* Die Einwaage (0,01 bis 0,05 g) wird in 6 ml Acetonitril, Aceton oder Methyläthylketon gelöst, mit 6 ml wasserfreiem Benzol verdünnt und mit einer Lösung Tetraäthylammoniumhydroxyd in Benzol-Methanol nach Kreškov u. Mitarb.[2] potentiometrisch titriert. Der Titer wird mit Benzoesäure in Methyläthylketon ermittelt. Die Genauigkeit beträgt etwa 2%. In Gemischen von carboxylhaltigen silicoorganischen Verbindungen und organischen Säuren (z. B. Phthalsäure oder Bernsteinsäure) können beide Bestandteile nebeneinander erfaßt werden.

[1] Zavodskaja Laborat. **26**, H. 10, 1080—1084 (1960). Mendelejew-Inst. f. chem. Technol., Moskau. — [2] Kreškov, A. P., L. N. Bykova u. N. A. Mchitarjan: Ž. anal. Chim. **14**, 529 (1959); vgl. diese Z. **179**, 197 (1961).

H.-J. Drewitz

Das papierchromatographische Verhalten zahlreicher Alkyl- und Arylzinn(IV)-verbindungen vom Typ $R_nSnX(4-n)$ haben D. J. Williams und J. W. Price[1] untersucht. Die Verff. arbeiteten im absteigenden Verfahren auf Whatman-Papier Nr. 1 bei 24 $\pm$ 1° C mit folgenden Laufmitteln: a) 60%ige Lösung von Pyridin in Wasser; b) mit Wasser gesätt. Mischung aus Butanol und Pyridin (7,5 + 3,5); c) mit Wasser gesätt. Mischung aus Butanol und Äthanol (3 + 1); d) mit Wasser gesättigtes, 1 n ammoniakalisches Butanol. — In allen Laufmitteln hydrolysieren die eingesetzten Verbindungen $R_nSnX_{(4-n)}$ zu den entsprechenden Hydroxiden $R_nSn(OH)_{4-n}$, so daß die Natur des jeweiligen Säureradikals X (Chlorid,

Acetat, Laurat, Abietat) ohne Einfluß auf die R_f-Werte ist. Die von den Dialkyl- und Diarylzinnverbindungen abgeleiteten Hydroxide reagieren zu polymeren Produkten, die im Laufmittel unlöslich sind und am Startpunkt zurückbleiben. Dies gilt für das Laufmittel *a*; in den Laufmitteln *b*—*d* werden diese Verbindungen mit hohen R_f-Werten transportiert, jedoch bilden sie zum Teil starke Schwänze. Ebenso verhalten sich die Monoalkyl- und Monoarylverbindungen. Die Trialkyl- und Triarylverbindungen werden als beständige Hydroxide in definierten Flecken transportiert. Die Verff. nutzen diese Beobachtung zur *Trennung von Diphenylzinnchlorid und Triphenylzinnchlorid* aus, die nach Naßveraschung der ausgeschnittenen Flecken mit Schwefelsäure und Salpetersäure turbidimetrisch mit 4-Hydroxy-3-nitrophenylarsonsäure hinreichend genau bestimmt werden können. — Zur Lokalisierung der verschiedenen Organozinnverbindungen in den Chromatogrammen eignet sich eine 0,1%ige äthanolische Lösung von Catechinviolett; die Tri- und Tetraverbindungen müssen vor dem Besprühen durch 10 min dauernde UV-Bestrahlung teilweise abgebaut werden, weil sie sonst nicht auf das Reagens ansprechen.

[1] Analyst **85**, 579—582 (1960). The Res. Inst., Greenford, Middlesex (England). H. Hartkamp

Zum Nachweis von organischen Säuren eignet sich nach H. E. Affsprung und H. E. May[1] *Tetraphenylstiboniumsulfat.* Dieses Reagens gibt mit organischen Säuren schwerlösliche Salze, die aus n-Hexan, Wasser oder Wasser-Äthanol umgelöst werden können. — *Herstellung des Reagenses.* (siehe auch H. H. Willard, L. R. Perkins und F. F. Blicke[2]). Antimontrichlorid wird mit überschüssigem Phenylmagnesiumbromid zu Triphenylstibin umgesetzt. Nach Einleiten von Chlor gibt man erneut Phenylmagnesiumbromid hinzu. Das entstandene Additionsprodukt wird mit verd. Schwefelsäure zum Tetraphenylstiboniumsulfat zersetzt. Zur Reinigung führt man das leicht lösliche Sulfat mit verd. Ammoniak in das schwerlösliche Hydroxid über, filtriert, und kocht den Niederschlag mit dest. Wasser aus. Nach mehrmaligem Umfällen wird das getrocknete Hydroxid in einer äquivalenten Menge Schwefelsäure gelöst und zu einer 0,05 m Lösung verdünnt. — *Nachweis von organischen Säuren.* 5—10 ml einer Lösung des organischen Salzes werden mit verd. Schwefelsäure angesäuert und in 4—5 ml Reagenslösung eingetragen. Wasserunlösliche Säuren werden zuerst in verd. Natronlauge gelöst und mit einer Pufferlösung auf p_H 5—6 gebracht. Nach Filtration läßt man die Lösung in das Reagens eintropfen. Die Salze von *Essigsäure* und *Propionsäure* werden aus n-Hexan umgelöst, die Salze von *Ameisensäure* und *Benzoesäure* aus Wasser und die Salze *höherer Säuren* aus Alkohol-Wasser.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1164—1166 (1960). Dept. Chem. Univ. Norman, Okla. (USA). — [2] J. Amer. chem. Soc. **70**, 737 (1948). G. Kainz

Zur quantitativen Bestimmung von zweibasischen C_{10}-Säuren und einbasischen C_9-Säuren benützen R. C. Bartsch, F. D. Miller und F. M. Trent[1] die Gaschromatographie. Die Säuren werden zunächst mit Diazomethan verestert. Die entstandenen Methylester werden sodann bei 230°C an einer Säule, die mit Hochvakuum-Siliconfett oder mit Polyester imprägniert ist, aufgetrennt. Als mobile Phase dient Helium (45 ml/min). Es können noch 25 ppm von einbasischen Säuren bzw. 100 ppm von zweibasischen Säuren im Gemisch mit anderen Stoffen nachgewiesen werden. — *Herstellung der Kolonnenpackung.* a) *Celite-Hochvakuum-Siliconfett.* Ein Gewichtsteil Siliconfett wird in 1,5 Teile Äthylacetat eingetragen. Nach 5 min langem Schütteln wird 5—6mal mit Äthanol (jeweils die Hälfte der Menge des Siliconfettes) gewaschen und dadurch das Siliconfett wieder ausgefällt. Dieses dispergiert man dann in Toluol. In diese Suspension wird Celite (30—60 mesh)

eingetragen. Hierauf wird das Lösungsmittel verdampft. Das fertige Präparat soll etwa 35 Gew.-% Siliconfett enthalten. — b) *Celite-Polyester.* Der Polyester wird in Aceton gelöst, mit Celite vermischt und das Lösungsmittel verdampft. Das fertige Produkt soll etwa 35 Gew.-% Polyester enthalten. — *Quantitative Auswertung des Chromatogramms.* Um aus der Zackenhöhe auf die Konzentration schließen zu können, stellt man zunächst ein Testchromatogramm mit einem Gemisch von Standardsäuren her. Das Gemisch muß die C_{10}-Säuren in gleichem Prozentsatz enthalten. Man mißt die Höhe der Zacken, setzt dann die Zackenhöhe von Dimethylsebacat gleich 1.000 und berechnet daraus die gegenseitige Relation (Empfindlichkeit). Beim Chromatogramm der Probe wird ebenfalls die Zackenhöhe gemessen und durch die entsprechende Empfindlichkeit dividiert. Bei Proben, die weniger als 98,5% C_{10}-Säuren enthalten, mischt man Adipinsäure als internen Standard hinzu und bestimmt die Höhe der Probezacken und die Höhe des Adipinsäurezackens. Sodann stellt man eine Eichkurve mit verschiedenen Adipinsäurekonzentrationen her und trägt als Ordinate das Verhältnis der Zackenhöhen (Probe-Adipinsäure) und als Abszisse das jeweilige Konzentrationsverhältnis auf.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1101—1103 (1960). U.S. Ind. Chem. Co., Div. of Nat. Distillers and Chem. Corp., Cincinnati, Ohio (USA). G. Kainz

Die Bestimmung von Schwefelkohlenstoff in Lösungen auf Grund des Umsatzes von Natriumazid mit Jod kann nach Z. Kurzawa und Z. Meybaum[1] ebenso durchgeführt werden wie die entsprechende Bestimmung von Cystin[2]. Man versetzt also die zu untersuchende Probe (z.B. industrielles Abwasser) mit einem Gehalt von 0,05—1,0 mg CS_2 mit 2 g Natriumazid und 6 ml 0,1 n Salzsäure (p_H 5,90), verdünnt mit Wasser zu 100 ml, fügt 10 ml 0,04 n Jodlösung zu und titriert nach 30 min mit 0,04 n Natriumarsenitlösung zurück. Der CS_2-Gehalt wird einer Eichkurve entnommen. Die Reproduzierbarkeit der Resultate beträgt annähernd $\pm$ 5% relat. — Organische Leukoverbindungen, ferner Xanthogenate, Sulfide, Thiosulfate und Rhodanide stören. Die Xanthogenate können gemeinsam mit Schwefelkohlenstoff als Summe CS_2 ermittelt werden. Ist die Gesamtmenge der übrigen erwähnten störenden Komponenten nicht größer als 0,06 mg S^{2-}, dann kann die Schwefelkohlenstoffbestimmung auch neben diesen Stoffen auf die bei der Cystinbestimmung neben Cystein beschriebene Art erfolgen[2].

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 333—334 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Polytechnik, Poznań (Polen). — [2] Kurzawa, Z.: Chem. analit. (Warszawa) **5**, 325, 327 (1960); vgl. d. Z. **182**, 395 (1961). M. Hřivnáč

Um Sulfonsäuren und deren Salze durch Gaschromatographie auftrennen zu können, führt J. J. Kirkland[1] diese Verbindungen in die entsprechenden Säurechloride oder Ester über, die hinreichend flüchtig sind. Die Ester können nur bei vermindertem Druck chromatographiert werden, da sie sich sonst zersetzen. Als mobile Phase dient Helium, als stationäre Phase 20% Hochvakuum-Siliconfett oder Silicon-Gummi auf Chromosorb (40—50 mesh) oder Celite 545 (80—100 mesh) für die Säurechloride und 20% Apiezon 2 auf Chromosorb für die Ester. — *Herstellung der Säurechloride.* 0,5 g des Sulfonsäuregemisches werden am Rückflußkühler mit 0,50 ml Dimethylformamid und 20 ml Thionylchlorid gekocht (je nach Probe zwischen 5 min und 2 Std). Bei Salzen von Sulfonsäuren verdünnt man anschließend mit Dichlormethan und filtriert das Halogenidsalz durch ein Glasfilter ab. Der Überschuß an Thionylchlorid sowie das Lösungsmittel werden unter vermindertem Druck abdestilliert. Der Rückstand wird in Tetrachlorkohlenstoff gelöst und im Meßkolben auf 5 ml aufgefüllt. An Stelle von Thionylchlorid kann auch Phosgen mit Tetrachlorkohlenstoff als Lösungsmittel und Dimethylformamid als Katalysator verwendet werden. — *Herstellung der Methylsulfonate.* 0,5 g der

Sulfonsäureprobe werden in wenig Diäthyläther gelöst und mit ätherischer Diazomethanlösung bis zur Gelbfärbung versetzt. Da sich in der stark sauren Lösung teilweise Polymethylen bildet, so ist ein Überschuß von Diazomethan erforderlich. Man läßt 10 min stehen, entfernt das Lösungsmittel am Wasserbad und löst den Rückstand in Tetrachlorkohlenstoff oder Benzol auf (ad 5 ml).

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1388—1393 (1960). Ind. Biochem. Dep., Exp. Station, E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, Del. (USA). G. KAINZ

Zur Bestimmung von m- und p-Kresol nebeneinander benützen E. LEIBNITZ, U. BEHRENS, L. RIEDEL und A. GABERT[1] die *Reaktion der Phenole mit p-Nitrobenzoldiazoniumfluorborat* (I). Diese Reaktion ist p_H-abhängig; das Farbmaximum für m-Kresol liegt bei p_H 9,5, das von p-Kresol bei p_H 7,5. Die Konzentrationsgrenzen des Nachweises sind für *Phenol* 0,1 und 6; *o-Kresol* 0,1 und 5; *m-Kresol* 0,1 und 6; *p-Kresol* 0,4 und 2,5 mg/l. — *Reagens.* 14 g p-Nitranilin werden unter Erhitzen in 30 ml konz. Salzsäure gelöst, mit 30 ml Wasser verdünnt und auf 5° C abgekühlt. Unter Rühren läßt man eine Natriumnitritlösung (8 g in 20 ml Wasser) einlaufen und versetzt dann mit 70 ml 40%iger Fluorborsäure. Der entstandene gelbe Niederschlag (I) wird mit Fluoroborsäure, Alkohol und Äther gewaschen und getrocknet. Man löst den Niederschlag in 2%iger Fluorborsäurelösung. — *Arbeitsweise.* Die Probelösung wird in 2 aliquote Teile geteilt. Einen Teil versetzt man bei p_H 12 mit Reagenslösung und mißt die Extinktion. Diese ist identisch mit der Extinktion des m-Kresol-Anteils. Der andere Teil wird bei p_H 9,5 mit I versetzt und photometriert. Die Extinktion entspricht der Summe von m- und p-Kresol. — Da bei der Papierchromatographie nur eine Abtrennung von Phenol und o-Kresol möglich ist, m- und p-Kresol aber gemeinsam wandern, hat die obige Nebeneinanderbestimmung große Bedeutung.

[1] J. prakt. Chem., Reihe 4, **11**, 125—132 (1960). Inst. für Verfahrenstechnik der organischen Chemie, Leipzig. G. KAINZ

Benzonitril- und Benzamidlösungen (in Wasser oder Alkohol) können nach M. J. ASTLE und J. B. PIERCE[1] spektralphotometrisch im UV-Bereich bestimmt werden. Zur Vereinfachung der Berechnung wird anstelle der Konzentration der Molenbruch verwendet. Dadurch ist es möglich, aus der Extinktion bei *einer* Wellenlänge das molare Verhältnis beider Komponenten festzustellen. — *Arbeitsweise.* Es werden Benzonitril- und Benzamidlösungen (in Methanol) von bekannter Konzentration hergestellt, in verschiedenem Verhältnis vermischt und ihre Extinktion bei 277 nm bestimmt. Die Berechnung erfolgt bei einer Schichtlänge von 1 cm nach der Formel:

$$N_1 \frac{A_s - a_2}{a_1 - a_2} .$$

(N_1: Molenbruch von Benzonitril, A_s: Absorption des Gemisches, a_1: Extinktionskoeffizient von Benzonitril, a_2: Extinktionskoeffizient von Benzamid oder umgekehrt.) Man kann auch die Extinktion bei 2 Wellenlängen (270,0 und 277,2 nm) bestimmen. Für die Berechnung gilt dann:

$$N_1 = \frac{a_2 - \frac{A_s}{A_s'} a_2'}{\frac{A_s}{A_s'} (a_1' - a_2') - (a_1 - a_2)} .$$

Die Werte für die 2. Wellenlänge sind mit einem Strich als Index versehen.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1322—1324 (1960). Dep. Chem. Chem. Engng., Case Inst. Technology, Cleveland, Ohio (USA). G. KAINZ

Namen- und Sachverzeichnis des 182. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abel, O., siehe Luther, H.

Abresch, K., und E. Büchel, Anwendung der Polarisationsspannungstitration im Eisenhüttenlaboratorium 139

Ackermann, H., Biologische Bestimmung von Vitamin D 124

Adamski, L., J. Boużyk und K. Józefowicz, Bestimmung von Natrium und Kalium in kleinen Mengen nebeneinander 447

Affsprung, H. E., und H. E. May, Nachweis organischer Säuren 462

Alberti, G., und G. Grassini, Austauschchromatographische Trennung anorganischer Kationen 439

Aleksandrov, L. N., Bestimmung von Thorium in Wolfram und Molybdän 139

Alexander, T. G., Trennung von Ergotamin und anderen Arzneistoffen in Kopfschmerztabletten 309

Alfano, L., siehe Takesue, E. I.

Alimarin, I. P., und I. Krausz, Bestimmung von Thallium 454

Allam, M. G. (E.), siehe Issa, I. M.

Allan, J. E., Bestimmung von Nickel und Kobalt 65

Allen, P. L., siehe Ellis, J. F.

Alma, M., siehe Feinberg, H.

Alvarez, E. R., Bestimmung von Palladium 136

Ambrová, A., siehe Juránek, J.

Ambs, E., siehe Gross, W.

Amin, A. M., siehe Flaschka, H.

Anand, V. D., siehe Deshmukh, G. S.

Anders, O. U., Bestimmung von Fluor durch Messung der γ-Strahlen 62

Anderson, E. P., H. M. Kalckar, K. Kurahashi und K. J. Isselbacher, Bestimmung von Galaktose-1-phosphat 160

Andrew, G., siehe Irving, H.

Anger, V., siehe Feigl, F.

Antipova-Karataeva, I. I., und Yu. I. Kucenko, Bestimmung von Erbium und Holmium 47

Antonescu, E., siehe Spacu, P.

Araki, H., siehe Nozaki, T.

Armstrong, A. R., siehe Yoe, J. H.

Armstrong, W. D., siehe Singer, L.

Artigas, J., siehe Buscaróns, F.

Asensi-Alvarez-Arenas, E., und A. Sampedro-Piñeiro, Bestimmung von Antimon in binären Bleilegierungen 369

Asher, T. M., und G. R. Cooper, Winzlersche Methode zur Serummucoidbestimmung 398

Astle, M. J., und J. B. Pierce, Spektralphotometrische Bestimmung von Benzonitril- und Benzamidlösungen 464

Auermann, E., Bestimmung kleiner Fluormengen in Trinkwasser und in biologischem Material 275

Austin, J. H., siehe Witmer, F. J.

Axt, G., siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: VomWasser 126 [L]

Baba, H., siehe Nozaki, T.

Babeniševv, V. M., und O. M. Kuznecova, Komplexometrische Aluminiumbestimmung in Magnesiumlegierungen 278

Baczyk, S., Anwendungen von L-Ascorbinsäure als Reduktionsmittel 446

Badrinas, A., siehe Bermejo, F.

Baglio, J. A., siehe Pietri, C. E.

Bakács-Polgár, E., und L. Szekeres, Bestimmung von Phosphat- und Sulfationen nebeneinander, besonders in Kunstdünger 456

Baker, W. A., siehe Thomas, J.

Balašov, B. G., und E. Ja. Chyrak, Bestimmung freier Schwefelsäure in Kesselablagerungen 289

Balatre, P., siehe Traisnel, M.

Balatre, P.-H., und C. Lefèvre, Fluorimetrische Chininbestimmung in Medikamenten 79

Balchin, L. A., und D. I. Williams, Bestimmung von Niob in Titanerzen und -pigmenten 70

Ball, R. G., siehe Young, J. P.

Banerjea, D. K., und K. K. Tripathi, Bestimmung von Eisen und Kupfer mit Methyl-2-pyridyl-ketoxim 459

Barcelo, J., siehe Bermejo, F.
Bardawill, C. J., siehe Gornall, A. G.
Bark, L. S., und R. Catterall, Bestimmung von Nitrit in kleinen Mengen 456
Baró Graf, J. C., Mikronachweis von Cadmium 451
Barreto, H. S. R., und R. C. R. Barreto, Chloranilsäure als Reagens bei der papierchromatographischen Trennung von Alkali- und Erdalkalimetallionen 203
Barreto, R. C. R., siehe Barreto, H. S. R.
Bartsch, R. C., F. D. Miller und F. M. Trent, Quantitative Bestimmung von zweibasischen C_{10}-Säuren und einbasischen C_9-Säuren 462
Bassette, R., und C. H. Whitnah, Identifizierung von organischen Verbindungen durch Gaschromatographie 459
Batalin, A. C., Reduktion von Selen (IV) mit L-Ascorbinsäure 58
Bates jr., W. W., siehe Ogg, C. L.
Bauer, H. J., und A. Drux, Bestimmung der Säurezahl von emulgierenden Alkoholen, Wollwachsalkoholen und flüssigem Wachs 76
Bayer, J., Bestimmung der Mutterkornalkaloide in der Droge 388
Beckman, H. F., und L. Feldman, Bestimmung von Piperazin in Nahrungsmitteln 118
Beesing, D. W., W. P. Tyler, D. M. Kurtz und S. A. Harrison, Darstellung von Dodecanthiollösung 461
Beevers, J. R., siehe Breyer, B.
Behrens, U., siehe Leibnitz, E.
Beindorf, H., siehe Niemöller, H. J.
Belcher, C. B., und L. B. Skelton, Bestimmung von Kieselsäure in Mineralien und schwer aufschließbarem Material 288
Belcher, R., M. A. Leonard und T. S. West, Bestimmung von Molybdän mit Alizarinkomplexon 59
Beling, A., siehe Thon, D.
Benedict, J. H., Bestimmung der Gesamtfettsäuren und des Unverseifbaren in Fetten, Fettsäuren und Seifen 298
Benesi, H. A., Oberflächengröße von sauren Aluminiumoxid-Silicagel-Mischkatalysatoren 374
Bennett, S. J., siehe Covington, L. C.
Benson, A. A., siehe Strickland, E. H.
Benson, R. H., und R. B. Turner, Bestimmung von Acetylgruppen bei der Strukturaufklärung organischer Verbindungen 460
Benson, V. M., siehe Kassner, E. L.
Berdnikov, E. A., siehe Kargin, Ju. M.
Berka, A., M. Tichý und J. Zýka, Analytische Studie der Reaktionen von einwertigem Silber mit Hydrochinon 335 [Or]
Bermejo, F., J. Barcelo, A. Prieto und A. Badrinas, Nomenklatur der Komplexbildner 443
Bermúdez-Polonio, J., F. de la Cruz-Castillo und R. Fernández-Cellini, Röntgenfluorescenzspektrometrie von Thorium in Mineralien 371. — Röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung von Uran in Mineralien 371
Bernstein, D., Quantitative Bestimmung von Lithiumphenyl 321 [Or]
Berthollet, P., Schmelzkörper für die fluorimetrische Uranbestimmung 47
Beyrich, T., siehe Pohloudek-Fabini, R.
Bhaduri, B. P., siehe Bhattacharyya, A. C.
Bhat, A. N., und B. D. Jain, Bestimmung von Uran und Thorium 48
Bhattacharyya, A. C. (A. K.), und B. P. Bhaduri, Bestimmung des Gesamtschwefels in Kohlen 378. — Siehe auch Subbanna, V. V.
Biermann, W. J., und H. Gesser, Bestimmung von Aluminium, Beryllium und Chrom nebeneinander 453
Billman, J. H., N. S. Janetos und R. Chernin, Bestimmung von Kupfer mit o-(p-Toluylsulfonamido)-anilin 42
Birsgal, H., siehe Lehmann, E.
Biryuk, E. A., siehe Nazarenko, V. A.
Bishara, S. W., siehe Khalifa, H.
Biskup, L., siehe Martin, G. E.
Björk, W., und I. Svensson, Bestimmung von Chlorid 62
Blake, A., J. und B. A. Rose, Bestimmung von Toluol- und Styroldämpfen in der Luft 128
Blass, J., und M. Raynaud, Bestimmung der ε-Aminogruppen im Lysin 397. — Siehe auch Raynaud, M.
Blümel, G., Titrimetrische Bestimmung oberflächenaktiver Substanzen auf Kalisalzen 147
Blum, R., siehe Miller, G. L.
Blumenthal, A., Quantitative Bleitetraäthylbestimmung in Benzinen 380
Bobtelsky, M., und M. M. Cohen, Heterometrische Bestimmung von

Platin, Palladium und Gold nebeneinander 66
Bode, J. D., siehe Pasztor, L. C.
Boeck, E., G. Keil und G. Kunz, Analyse von Gemischen aus Natriumaluminat und Natronlauge 290
den Boef, G., siehe Krijn, G. C.
de Boer, G. D., siehe van Os, F. H. L.
Bogar, L. C., und C. J. L. Lock, Analyse der Korrosionsprodukte in Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277. — Siehe auch Lock, C. J. L.
Bojcova, V. F., K. D. Rusinova und N. I. Stepanova, Bestimmung des Wassergehaltes in flüssigem Brom 130
Boll, E., siehe Wojahn, H.
Bollet, A. J., siehe Goodwin, J. F.
Boltz, D. F., Colorimetric Determination of Non-Metals 39 [L]
Bond jr., G. R., Bestimmung von Piperazin 238
Bonnichsen, R., A. C. Maehly und S. Nordlander, Auftrennung und UV-spektrophotometrische Bestimmung von Coffein, Antipyrin, Phenacetin in Gewebe und biologischem Material 317
Booman, G. L., siehe Maeck, W. J.
Booth, R. E., Bromphenolblauverfahren zur Reserpinbestimmung 388
Borecký, J., J. Gasparič und M. Večeřa, Chromatographische Trennung von Äthern 229
Bosman, M. S. M., Colorimetrische Bestimmung des Gesamtschwefels in Pflanzenmaterial 375
Bott, P. A., Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium und Kalium in biologischen Flüssigkeiten 390
Bounsall, E. J., und W. A. E. McBryde, Bestimmung von Silberspuren in Bleiglanz 70
Bouvattier, C., Bestimmung der assimilierbaren Phosphorsäure in Böden 372
Bouzyk, J., siehe Adamski, L.
Boyd, G. E., Aktivierungsanalyse 447
Boyd, R. N., und M. Meadow, Charakterisierung von Alkylhalogeniden mit Äthylenthioharnstoff 231
Boyer, P. D., siehe Kowalsky, A.
Boyes, W. B., und H. C. Wilkinson, Bestimmung von Schwefel in Heizölen, die in der Stahlindustrie verwendet werden 294
Brachaczek, W., siehe Kemula, W.
Brackenridge, C. J., Anfärbbarkeit von anomalen Globulinen 312. — Bedingungen zur Fraktionierung des menschlichen Serums durch Cellulose-acetat-Elektrophorese und Anfärbung der Fraktionen 312
Bradfield, E. G., Bestimmung von Magnesium in Pflanzen 374
Brajter, K., siehe Kemula, W.
Braman, R. S., D. D. DeFord, T. N. Johnston und L. J. Kuhns, Nachweis und Bestimmung kleinster Mengen der toxischen Borane in Luft 273
Bramlitt, E. T., siehe Schweitzer, G. K.
Brandt, W. W., Analytische Anwendungen der Hydroxamsäuren 446. — Siehe auch Veening, H.
Braunitzer, G., Vollautomatische quantitative Aminosäurebestimmung 157
Brenner, N., und L. S. Ettre, Gaschromatographische Analyse 438
Bresciani, F., und G. Salvatore, Trennung von Jodtyroessigsäuren 397
Breuchaud, J. S., siehe Phillips, G. E.
Breyer, B., und J. R. Beevers, Uranbestimmung in Erzen mittels Wechselstrompolarographie 66
Breyer, B., F. Grutmann und S. Hacobian, Gerät zur Wechselstrompolarographie 66
Brieux de Mandirola, O., Thoriumbestimmung in Mineralien 371
Bril, J., und E. Pruvot, Mikrobestimmung von Beryllium durch Fluorescenz des Morinkomplexes 43
Brodersen, K., und U. Schlenker, Zur analytischen Trennung quecksilberorganischer Verbindungen des Typs R-Hg-Br 421 [Or]
Bronštejn, A. N., T. I. Sendulskaja und M. Ja. Špirt, Bestimmung von Germanium und Gallium in Kohlen 148
Brown, H. J., siehe Ramsay, J. A.
Brownley jr., F. I., und C. W. Howle jr., Bestimmung von Fluorid in Wasser 129
Brozda, W. B., siehe Nadalin, R. J.
Brú, A., siehe Camuñas, A.
Brunin, R., siehe Navellier, P.
Bubernak, J., M. Lew und G. Matlack, Bestimmung von Americium in neutronenbestrahltem Plutonium mit Hilfe der α-Aktivität 50
Buchanan jr., E. B., siehe Diehl, H.
Bucur, M., Morphinbestimmung in Mohnkapseln 387
Budwig, J., siehe Kaufmann, H. P.
Büchel, E., siehe Abresch, K.

Büchner, M., Serochemische Subfraktionierung mit Hilfe der Polarographie 389
Bugrova, E. M., siehe Kovbuz, M. A.
Bujard, E., siehe Handwerck, V.
Bukowska, H., und J. Gierłowska, Bestimmung von Diprophyllin und Luminal nebeneinander 386
Bulgakova, A. M., und A. M. Volkova, Extraktion zur photometrischen Bestimmung von Bleispuren in sehr reinen Thalliumsalzen 73
Burger, K., F. Gaizer und E. Schulek, Bestimmung von Hydroxylamin durch Oxydation mit Bromchlorid 455
Burnham, H. D., siehe Legate, C. E.
Burns, E. A., und R. F. Muraca, Bestimmung kleiner Chloridionenmengen nach Volhard in Lösungen hoher Ionenstärke 221
Burow, F. H., siehe Matthews, J. S.
Buscaróns, F., J. Artigas und C. Rodriguez-Roda, Colorimetrische Anwendungen des Systems Chromat/o-Dianisidin 207
Busev, A. I., und V. G. Tipcova, Bestimmung von Thallium 51
Buyske, D. A., siehe Takesue, E. I.

Cadman, W. J., und T. Johns, Gaschromatographie für toxikologische Untersuchungen im kriminalistischen Labor 240
Caldas, A., siehe Feigl, F.
Camuñas, A., E. Mingarra und A. Brú, Bestimmung von Spuren Ni und Co in Böden 373
Carelli, V., A. M. Liquori und A. Mele, Polyamid zur Chromatographie 161
Carlson, E. G., G. T. Paulissen, R. H. Hunt und M. J. O'Neal jr., Untersuchung von Erdölprodukten 148
Carlson, L. A., Chromatographische Trennung von Serumlipoproteinen an Glaspulversäulen 313
Carlsson, B., siehe Heilbronn, E.
Castiglioni, A., Gaschromatographie von Äthylendiamin- und Piperazinmischungen 428 [Qr]
Catherino, H. A., und L. Meites, Polarographische Bestimmung von Mangan 63
Catterall, R., siehe Bark, L. S.
Cavallini, D., C. DeMarco, B. Mondovi und L. Tentori, Radioautographischer Nachweis von Stoffwechselprodukten von ^{35}S-DL-Cystin 396
Čelnokova, N. A., siehe Udalov, Ju. F.
Čencova, N. I., siehe Kuranov, A. A.
Cerato, C. C., siehe Fabricio, F. A.
Černichov, Ju. A., V. F. Lukjanov und A. B. Kozlova, Bestimmung von Thorium in Monazitkonzentraten 69
Chambers, M. E., siehe Waggoner, W. H.
Chapman jr., F. W., siehe Sherwood, R. M.
Chareziński, M., siehe Opieńska-Blauth, J.
Chemikerausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute. Handbuch für das Eisenhüttenlaboratorium, Band 1: Die Untersuchung der nichtmetallischen Stoffe 124 [L]
Cheng, K. L., Bestimmung von Palladium 136
Chernaik, J. M., siehe Klein, D.
Chernin, R., siehe Billmann, J. H.
Chinoporos, E., Bestimmung von Quecksilber mit Kaliumantimonyltartrat 452
Chodžaev, T., und A. P. Ibrahimov, Bestimmung der Zahl und Stellung von Substituenten am Benzolring 149
Chowdhury, A. N., und B. Das Sarma, Bestimmung von Nickel 146
Chowdhury, D. K., siehe Kaufmann, H. P.
Chyrak, E. Ja., siehe Balašov, B. G.
Cieplinski, E. W., und L. S. Ettre, Gaschromatographische Analyse flüchtiger Komponenten, die in nichtflüchtigem Medium gelöst sind 438
Citovič, I. K., Trennung von Titan und Mangan mit Hilfe der Ionenaustauschchromatographie 53
Cleverley, B., Identifizierung von Barbituraten durch Infrarotabsorption 302
Close, R. A., und T. S. West, Säurealizarinschwarz SN als Indicator für ÄDTA-Titrationen von Calcium 209
Cojocaru, Z., siehe Maiorovici, C.
Cokal, E. J., siehe Wise, E. N.
Connally, R. E., und M. B. Leboeuf, Rechnerische Auswertung von Analysen 447
Cook, R. M., und G. E. Speight, Manometrische Kohlenstoffbestimmung im Stahl 284
Cooke, W. D., siehe West, A. C.
Cooper, G. R., siehe Asher, T. M.
Corbin, E. A., Bestimmung von Fluroral und Uranin in Milch 121
Costa, A. C. S., Hämatoxylin als Indicator bei der Bestimmung von Wismut und Zirkonium 210

Courtois, M., und S. J. Teichner, Infrarotabsorptionsmessungen adsorbierter Phasen an pulverisierten Festkörpern 437
Covington, L. C., und S. J. Bennett, Sauerstoffbestimmung in Titan und Stahl 137
Craig, B. M., Gas-flüssig-Chromatographie von Fettsäureestern 233
Crane jr., F. E., und E. A. Smith, Gravimetrische Bestimmung von Ammonium als Tetraphenyloborat 54
Creitz, E. E., siehe Kassner, E. L.
Cremer, E., und R. Müller, Gaschromatographische Trennungen 237
Critchfield, F. E., und J. B. Johnson, Bestimmung von Alkaliionen 40
Crooke, W., siehe Hishta, C.
de la Cruz-Castillo, F., siehe Bermúdez-Polonio, J.
Čudakov, M. I., und G. D. Georgievskaja, Volumetrische Bestimmung phenolischer Hydroxylgruppen in technischen Ligninen 376
Cullum, D. C., und D. B. Thomas, Bestimmung von Barium und Sulfat 449
Cumming, J. B., siehe Kinsley, M. T.
Cundiff, R. H., und P. C. Markunas, Bestimmung von Nicotin- und Nornicotin in Tabakblättern 307
Curea, E., siehe Grecu, I.
Čžan Venj-cin, siehe Palej, P. N.
Czarnecki, K., Mikrobestimmung von Kupfer 113
Czech, H., siehe Leibnitz, E.
Czerepko, K., Eine neue Methode zum Nachweis von ε-Caprolactam 269 [Or]
Czerny-Hołyńska, B., Spektralanalytische Bestimmung kleiner Cadmiumgehalte in metallischem Zink 133

Dackevič, A. A., L. P. Žigačeva, G. V. Krasnova, M. D. Lapickaja, A. G. Latuchova und M. B. Mošinskaja, Bestimmung kleiner Mengen Wasserstoff in Helium 367
Daly, J. W., siehe Weissbach, H.
Dance, D. F., siehe Webster, R. K.
Danon, J., siehe Levi, M. C.
Darab, K., siehe di Gleria, J.
Darwent, C. L., siehe Kidman, L.
Dasher, J., siehe Moskowitz, A.
Dasler, W., siehe Stoner, R. E.
Datta, S. K., Bestimmung von Thorium durch Titration mit Fluorid unter Verwendung von Azofarbstoffen als Indicatoren 213
David, D. J., Bestimmung von Natrium, Kalium, Calcium und Magnesium in Extrakten von Böden 372
David, M. M., siehe Gornall, A. G.
Davídek, J., siehe Manoušek, O.
Davis, P. S., Bestimmung von Sauerstoff in Gasen 275
Davis, W. F., siehe Hibbits, J. O.
Dean, J., siehe Miller, G. L.
Decora, A. W., und G. U. Dinneen, Gasverteilungschromatographie von Pyridinderivaten 202
DeFord, D. D., siehe Braman, R. S.
Delahay, P., Polarisationsspannungstitration 72
Demetrius jr., J. C., und J. E. Sinsheimer, Bestimmung von Eugenol in pharmazeutischen Präparaten 303
Deshmukh, G. S., V. D. Anand und A. Joseph, Amperometric Titrations with the Help of Selenites. Determination of Cobalt 324 [Or]
Deshmukh, G. S., V. D. Anand und C. M. Pandey, Spectrophotometric Determination of Cobalt with Cobaltone-I (p-Nitrophenylhydrazone of Diacetylmonoxime) 170 [Or]
Deshmukh, G. S., und M. C. Eshwar, Amperometrische Titration von Sb^{3+} und SCN^- mit Hypobromitlösung 218
Deshmukh, G. S., und J. P. Srivastava, Polarographische Bestimmung von Wolfram 60
Dianov-Klokov, V. I., und V. A. Saltykova, Bestimmung kleiner Mengen Stickstoff in Argon 367
Dickens, P., und P. König, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Eisenerzen, Schlacken und feuerfesten Stoffen 72
Diehl, H., E. B. Buchanan jr. und G. F. Smith, Colorimetrische Bestimmung von Eisen mit pyridylsubstituierten s-Triazinen 65
Dieterich, B., siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Dieterle, P., siehe Knauff, H. G.
Dinneen, G. U., siehe Decora, A. W.
Dixon, B. E., und P. R. Kiff, Bestimmung von Sauerstoff in der Luft 274
Dooley jr., J. R., siehe Rosholt jr., J. N.
Drawert, F., R. Felgenhauer und G. Kupfer, Reaktions-Gaschromatographie 200
Drotschmann, C., und R. Wyatt, Bestimmung von Hydrazinsulfat 54

Drozdov, V. A., siehe Kreškov, A. P.
Drux, A., siehe Bauer, H. J.
Dubský, H. E., siehe Janák, J.
Dübel, W., und W. Flurschütz, Bestimmung von Aluminium in Sonderwerkstoffen, besonders Magnetlegierungen 144
Dufour, R. F., siehe Rynasiewicz, J.
Dulbecco, R., und J. D. Smith, Nachweis der Endnucleoside in Polyribonucleotiden 318
Dummler, W., siehe Mücke, D.
Dunn, H. W., Analytische Anwendung der Absorptionskante der Elemente bei Bestrahlung mit Röntgenstrahlen 198
Dunning, H. N., siehe Dwiggins jr., C. W.
Dupuy, J., siehe Lepeintre, M.
Durrett, L. R., Carbowax 400 als stationäre Phase in der Gaschromatographie 201
Dutch, P. H., Bestimmung von Deuterium in Proben, die Luft enthalten 275
Duval, C., und C. Wadier, Thermische Stabilität und IR-Spektren von Verbindungen 437
Dvořák, J., siehe Procházková, V.
Dwiggins jr., C. W., und H. N. Dunning, Bestimmung von Vanadium-, Eisen- und Nickelspuren in Öl 148
Dzubenko, M. G., siehe Saranča, E. T.

Eastham, A. M., und G. A. Latremouille, Magnesiumchloridsalzsäuremethode zur Bestimmung von Epoxiden 461
Ebihara, M., siehe Maekawa, S.
Eckschlager, K., Messungsfehler in der chemischen Analyse 443
Edman, P., Bestimmung der N-endständigen Aminosäuren in Peptiden 394
Edwards, G., und D. C. Hess, Bestimmung kleiner Mengen Blei 67
Edwards, G., und H. C. Urey, Bestimmung kleiner Mengen Blei 67
Egger, K., Unterscheidung von Glykosidtypen der Flavonole durch Polyamid-Dünnschichtchromatographie 161 [Or]
Eiden, F., und H.-D. Stached, Klassifizierung arzneilich verwendeter Phenothiazinderivate 385
Eiland, H. M., Radio-Jodbestimmung in Hochdruckkühlwässern von Kernreaktoren 276
Eisen, H. N., und M. Tabachnik, Chromatographie von Aminosäuren 397
Eisenbrand, J., und M. Raisch, Glycerinbestimmungsmethode in Wein 239
Eisenhauer, H. R., und K. P. Link, Acetylierung von 4-Hydroxycumarin 49
Ekins, R. P., Bestimmung von Thyroxin im menschlichen Plasma 159
Elema, E. T., siehe van Os, F. H. L.
Elinson, S. V., L. I. Pobedina und N. A. Mirzojan, Bestimmung von Aluminium, Magnesium, Beryllium, Uran und Zink in Zirkoniumlegierungen 137
Elliott, M. C., siehe Maeck, W. J.
Ellis, J. F., C. W. Forrest und P. L. Allen, Quantitative Analyse von Mischungen aggressiver Halogene und Halogenverbindungen 220
Elving, P. J., siehe Smith, D. L.
Emery, E. M., Massenspektren der homologen Serien aromatischer Ester 237
Endres, H., siehe Grassmann, W.
Epstein, J. A., und M. Lewin, Bestimmung des Carboxylgehaltes von Cellulose und oxydierter Cellulose 292
Erdey, L., F. Paulik, G. Svehla und G. Liptay, Indirekte derivatographische Bestimmung von Calcium, Strontium und Barium aus einer Einwaage 329 [Or]. — Siehe auch Szabadváry, F.
Eshwar, M. C., siehe Deshmukh, G. S.
Ettre, L. S., siehe Brenner, N., sowie Cieplinski, E. W.

Fabricio, F. A., R. W. King, C. C. Cerato und J. W. Loveland, Bestimmung aliphatischer Kohlenwasserstoffe in Benzol und Toluol 201
Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker. Vom Wasser. Ein Jahrbuch für Wasserchemie und Wasserreinigungstechnik. Bd. XXV 125 [L]
Fairbairn, J. W., Trennung der Rhabarber-Anthrachinone 304
Falloon, S. W. H. W., siehe Ramsay, J. A.
Farr, A. L., siehe Lowry, O. H.
Fedorova, G. P., siehe Serdjuk, L. S,
Feigl, F., und V. Anger, Spezifischer Nachweis von m-Nitranilin in der Tüpfelanalyse 13 [Or]
Feigl, F., und A. Caldas, Tüpfeltest auf Silber 448
Feinberg, H., M. Alma und J. Petzold, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes in Blut 391
Feldheim, W., Bestimmung von Vitamin C 123

Feldman, L., siehe Beckman, H. F.
Feldstein, M., Bestimmung flüchtiger organischer Substanzen in der forensischen Chemie 240
Felgenhauer, R., siehe Drawert, F.
Fernández-Cellini, R., siehe Bermúdez-Polonio, J.
Fidelis, I., siehe Siekierski, S.
Finston, H. L., siehe Kinsley, M. T., sowie Newman, L.
Fischl, J., Bestimmung von Tryptophan 158
Fišerová-Bergerová, V., Bestimmung von Cer in biologischem Material 270 [Or]
Fisher, D. J., siehe Kelley, M. T.
Flaschka, H., Bestimmung von Kationen mit ÄDTA 208
Flaschka, H., A. M. Amin und A. Holasek, Anwendung von Tetraphenyloborat 444
Flemming, K., Nachweis von Histamin 317
Flis, I. E., und T. A. Tumanova, Bestimmung von Sulfit und Chlorat, nebeneinander 57
Florence, T. M., Bestimmung von Uran in Konzentraten durch Titration mit Eisen(III)-sulfat 72
Floret, W., Bestimmung der Anthrachinone von Rheum palmatum L 304
Flurschütz, W., siehe Dübel, W.
Fołdziñska, A., siehe Minczewski, J.
Forberg, S., und S. Lundgren, Bestimmung von Nickel-, Kupfer- und Manganspuren in Natriumtriphosphat 291
de Ford, D. D., siehe Braman, R. S.
Forrest, C. W., siehe Ellis, J. F.
Foss, O. P., L. V. Hankes und D. D. van Slyke, Bedingungen der alkalischen Veraschung von proteingebundenem Jod im Serum 311
Fraenkel-Conrat, H., J. I. Harris und A. L. Levy, 1-Fluor-2,4-dinitrobenzol zur Untersuchung von Lysin 397
Franchi, G., und C. Pellerano, Volumetrische Bestimmung von Chloramphenicol 306
Fredericks, D. H., siehe Hishta, C.
Friedeberg, H., Bestimmung von Silber als Dithizonat 70
Fulton, C. C., Qualitative Analyse von Arzneimitteln 76
Funasaka, W., und T. Kojima, Gaschromatographische Analyse und Identifizierung von hochsiedenden Collidin-Fraktionen 149
Furnică, D., siehe Papafil, M.-A.
Gabert, A., siehe Leibnitz, E.
Gaeke jr., G. C., siehe Naumann, R. V., sowie West, P. W.
Gaizer, F., siehe Burger, K.
Galwey, A. K., Gaschromatographische Bestimmung von Wasserstoff und Methan in Mischungen 274
Gasparič, J., M. Novotná und M. Jurečček, Identifizierung primärer aromatischer Amine nach Überführung in Arylazo-β-naphthole 236. — Siehe auch Borecký, J., sowie Večeřa, M.
Gassmann, B., Bestimmung von Thiamin in Lebensmitteln 122. — Bestimmung von Riboflavin in Lebensmitteln 122
Geilmann, W., und G. Tölg, Bestimmung von Phosphat in Silicaten als Molybdänblau 69
Gellerman, J. L., siehe Schlenk, H.
Georgievskaja, G. D., siehe Čudakov, M. I.
Gerok, W., Bestimmung der freien und gebundenen Aminosäuren im Blutserum 395
Gesser, H., siehe Biermann, W. J.
Getchell, G., siehe Kingsley, G. R.
Giddings, J. C., Gaschromatographie mit programmierter kontrollierter Temperaturänderung 438
Gierłowska, J., siehe Bukowska, H.
Gilchrist, J. E., siehe Krieger, H. L.
Glenn, A. L., Spektrophotometrische Analyse von 2-Komponenten-Gemischen 436
di Gleria, J., und K. Darab, Bestimmung der Natriumionenkonzentration von Bodenlösungen 371
Goffart, J., Bestimmung von Strontium-90 in Knochengeweben, Milch und Pflanzen 391
Gohlke, R. S., siehe McLafferty, F. W.
Gold, S., siehe Krieger, H. L.
Gol'din, M. L., siehe Val'ter, A. K.
Gołkowska, A., Bestimmung von Cadmium in Uranylnitrat 72
Golubcova, R. B., Bestimmung von Bor in verschiedenen Legierungen 285
Goodwin, J. F., und A. J. Bollet, Bestimmung von μg-Mengen Gold in biologischen Flüssigkeiten 390
Gordon, G. E., Bestimmung von Phenol und phenolischen Verbindungen in sulfidhaltigen Abwässern 130
Gordon, H. T., siehe Werum, L. N.

Gordon, L., siehe Salesin, E. D.
Gornall, A. G., C. J. Bardawill und M. M. David, Biuretreagens zur Serummucoidbestimmung 398
Górski, A., und J. Moszczyńska, Bestimmung von Zirkonium und Hafnium in Lösungen, die komplexbildende Säuren enthalten 116
Gotô, H., siehe Kakita, Y.
Gottfried, J., siehe Martínek, K.
Gouds-Waard, A., Nachweis von Ascorbinsäure in Vitaminpräparaten 306
Grabowicz, W., und N. Twierdochlebow, Colorimetrische Bestimmung von Reserpin in reinen Präparaten und Tabletten 388
Gräbner, H.-J., Ein Extraktionsverfahren zur schnellen colorimetrischen Bestimmung kleiner Kupfergehalte in Stählen, Legierungen auf Nickel-Kobalt-Basis und deren Zusätzen bei der Erschmelzung 401 [Or]
Grandy, G. L., siehe Koch, R. C.
Grassini, G., siehe Alberti, G.
Grassmann, W., H. Endres, W. Pauckner und H. Mathes, Polyamide zur Chromatographie 161
Grecu, I., Gravimetrische Quecksilberbestimmung mit Phenylsemicarbazid 452
Grecu, I., V. Handelsmann und E. Curea, Indirekte volumetrische Cadmiumbestimmung 451
Greene, S. A., und H. Pust, Gaschromatographische Stickstoffdioxidbestimmung 54
Greenfield, S., Bestimmung von Kohlenstoff in organischen Verbindungen 224
Gross, W., und E. Ambs, Verhalten von Adrenalin und Arterenol als Reinsubstanz und in Harn bzw. Serum 399
Grutmann, F., siehe Breyer, B.
Grzeszkiewicz, A., siehe Marciszewski, H.
Guarnaccio, J., siehe Stein, H. H.
Gudzinowicz, B. J., Bestimmung verschiedener Epoxide in wäßriger und organischer Lösung 460
Günther, K., Bestimmung von organisch gebundenem Schwefel in Stadtgas und ähnlichen Gasen 368
Guerrin, G., M. V. Sheldon und C. N. Reilley, 7-(4-Sulfo-1-naphthylazo-8-hydroxychinolin-5-sulfonsäure als Indicator 444
Gunn, E. L., Spektrochemische Bestimmung von Additiven in Schmierölen 293
Gustafsson, L., Bestimmung von geringen Mengen Sulfat als Methylenblau 218

Haahti, E., T. Nikkari und E. Kulonen, Ionisationsdetektor in der Gaschromatographie 203
Haberer, K., siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Hacobian, S., siehe Breyer, B.
Haerdi, W., J. Vogel und D. Monnier, Bestimmung von Kobalt in Nickel-Chrom-Eisenlegierung Inconel 370
Haerdi, W., J. Vogel, D. Monnier und P. E. Wenger, Spektralphotometrische Bestimmung von Kobalt 142. — Siehe auch Monnier, D., sowie Vogel, J.
Härtel, A., Eiweißbestimmung im Urin 312
Hahn, H., und R. Wagenknecht, Über das polarographische Verhalten der Heteropolysäuren des Molybdäns. IV. Mitteilung. Zur quantitativen Bestimmung der Elemente Silicium, Germanium, Phosphor und Arsen durch amperometrische Titration ihrer Molybdatosäuren mit Nitron 343 [Or]
Hakkila, E. A., und G. R. Waterbury, Trennung und spektrophotometrische Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Quecksilber 212. — Röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung der Verunreinigungen und Legierungskomponenten in Tantal 283
Halliwell, G., Photometrische Bestimmung von Chrom(VI) 219
Halmos, T., siehe Schneer, A.
Hamann, V., und A. Herrmann, Mikrobestimmung von Kaliumjodid in Vollsalz 121
Handelsmann, V., siehe Grecu, I.
Handwerck, V., E. Bujard und J. Mauron, Reduktion aromatischer Nitrogruppen 235
Hanke, M. T., siehe Koessler, K. K.
Hankes, L. V., siehe Foss, O. P.
Hannig, K., Gerät zur Trennung von Aminosäuren 395
Hara, R., siehe Umezawa, H.
Harrigan, M. C., Bestimmung kleiner Mengen Fluor 61
Harris, J. I., siehe Fraenkel-Conrat, H.
Harrison, S. A., siehe Beesing, D. W.

Harrow, L. S., siehe Ogg, C. L.
Hart, R. G., siehe Morgan, W. W.
Hartkamp, H., Photometrische Bestimmung mittlerer Kobaltgehalte mit Pyridin-2,6-dicarbonsäure 259 [Or]
Hayden, A. L., und O. R. Sammul, Bestimmung der Cinchona-Alkaloide durch IR-Spektrophotometrie 308. — Analyse von Steroiden, Alkaloiden, Barbituraten und anderen Arzneimitteln 78
Headridge, J. B., Bestimmung von Molybdän 59
Heilbronn, E., und B. Carlsson, Quantitative Trennung von Cholinestern 392
Helbig, W., Ultramikroanalytische Arbeitsverfahren.I. Mitteilung. Laboreinrichtung und Arbeitsmethodik 15 [Or]. — Ultramikroanalytische Arbeitsverfahren. II. Mitteilung. Beitrag zur amperometrischen Plutoniumbestimmung im Mikrogramm-Maßstab 19 [Or]. — Ultramikroanalytische Arbeitsverfahren. III. Mitteilung. Beitrag zur potentiometrischen Plutoniumbestimmung im Mikrogramm-Maßstab 84 [Or]
Herberg, R. J., Fehler durch Färbung der Probenlösungen bei der Messung von Wasserstoff-3- und Kohlenstoff-14- indizierten Verbindungen 207
Herbinger, W., und W. Hubmayer, Bestimmung von Kalium in Erythrocyten 153
Herrmann, A., siehe Hamann, V.
Hess, D. C., siehe Edwards, G., sowie Marshall, R. R.
Hessler, W., und H. Marsen, Bestimmung der Säure- und Verseifungszahl von Wachsen 152
Hetman, J., Simultanbestimmung von Kupfer und Eisen in hochreinem Aluminium mit dem Kathodenstrahlpolarographen K 1000 134
Heuermann, R. F., Analyse von Acetylsalicylsäure, Acetophenetidin und Coffein in Mischungen mit Antihistaminen, Codeinsalzen oder Barbituraten 303
Hibbits, J. O., W. F. Davis und M. R. Menke, Colorimetrische Bestimmung von Eisen in Yttrium oder Yttriumoxid 134. — Siehe auch Kallmann, S.
Hildebrand, G. P., siehe Reilley, C. N.
Hishta, C., J. P. Messerly, R. F. Reschke, D. H. Fredericks und W. Crooke, Chromatographische Trennung fester organischer Verbindungen unter ihrem Siedepunkt 202
Hochmüller, K., siehe Holluta, J.
Hörhammer, L., H. Wagner und B. Lay, Nachweis einer Verfälschung von Radix Pimpinellae DAB 6 299
Hoffman, W. M., siehe Jacob, K. D.
Hoffmann, E., Determination of Phenylmercuric Compounds and Total Mercury in Paints 193 [Or]
Hohlweg, W., siehe Laschet, U.
Holasek, A., siehe Flaschka, H.
Hollemann-Wiberg, Lehrbuch der anorganischen Chemie 39 [L]
Holluta, J., und K. Hochmüller, siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Horn, R. C., siehe Lard, E. W.
Houtermans, F. G., Massenspektrometrische Bestimmung von Blei durch Fällung mit Borsäure 67
Hoverath, A., siehe Radmacher, W.
Howle jr., C. W., siehe Brownley jr., F. I.
Hozumi, K., und N. Morita, Bestimmung von Sulfanilamiden, Vitaminen und Aminosäuren 78
Hřivnáč, M., siehe Janák, J.
Hubík, M., siehe Jurečeк, M.
Hubmayer, W., siehe Herbinger, W.
Hulanicki, A., siehe Kemula, W.
Hunt, R. H., siehe Carlson, E. G.
Hunter, I. R., V. H. Ortegren und J. W. Pence, Gaschromatographische Trennung von flüchtigen organischen Säuren in Gegenwart von Wasser 232
Hurduc, N., siehe Papafil, M.-A.

Ibrahimov, A. P., siehe Chodžaev, T.
Ichikawa, F., und S. Uruno, Trennung von Uran und Protactinium von Thorium 49
Ikeda, S., siehe Saito, K.
Inamori, K., siehe Seki, T.
Inoue, T., Nachweis von Natriumanilin-N-glucopyranosiduronat im Urin 316
Irving, H., E. J. Risdon und G. Andrew, Trennung von Silber und Blei 70
Ishidate, M., T. Sakaguchi, K. Taguchi und S. Kanao, Bildung von Komplexen aus Chlorotetracyclin-Metallchelaten und verschiedenen organischen Verbindungen 208
Ishiwatari, N., siehe Onishi, H.

Issa, I. M., und M. G. E. Allam, Oxidation of Trivalent Cerium with Potassium Permanganate in Alkaline Solutions 244 [Or]
Issa, I. M., R. M. Issa und M. G. Allam, Amperometrische Titration von Tellurit mit Kaliumpermanganat 58
Issa, R. M., siehe Issa, I. M.
Isselbacher, K. J., siehe Anderson, E. P.
Itsuki, K., und K. Nishino, Analyse von Wismut, Kupfer und Blei in Elektrolytgold 131
IUPAC, Nomenklatur der Komplexbildner 443
Iwasaki, I., T. Katsura und M. Yoshida, Bestimmung von Sauerstoff in Mineralien 67
Izawa, K., siehe Motojima, K.

Jackwerth, E., und H.-G. Kloppenburg, Quantitative Auswertung von Papierchromatogrammen mittels Röntgenfluorescenz-Analyse 440
Jacob, K. D., und W. M. Hoffman, Bestimmung von Phosphat in Düngemitteln 74
Jain, B. D., und S. P. Singhal, Reaktionen von Tetrahydroxychinon und Natriumrhodizonat 446. — Siehe auch Bhat, A. N.
Jáky, M., und K. Kaffka, Anwendung radioaktiver Isotope zur Analyse von Pflanzenölen 297
James, A. T., und A. J. P. Martin, Gaschromatographische Trennungen 237
Jamieson, D. R., siehe Smith, D. L.
Jamison jr., H. W., siehe Moskowitz, A.
Janák, J., und M. Hřivnáč, Trennung von Pyridin-, Chinolin- und Indolderivaten 237
Janák, J., M. Krejčí und H. E. Dubský, Gaschromatographischer Apparat 202
Janauer, G. E., siehe Korkisch, J.
Janetos, N. S., siehe Billman, J. H.
Jaselskis, B., und J. G. Lanese, Bestimmung von Cyanid und Thiocyanat in Metallkomplexen 215
Jeník, J., M. Jureček und V. Pátek, Halogenbestimmung in organischen Verbindungen durch Metallaufschluß 225
Johns, T., siehe Cadman, W. J.
Johnson, J. B., siehe Critchfield, F. E.
Johnston, T. N., siehe Braman, R. S.
Jones, H. C., siehe Kelley, M. T.
Joseph, A., siehe Deshmukh, G. S.
Jowanovitz, L. S., F. B. McNatt, R. E. McCarley und D. S. Martin jr., Bestimmung kleiner Iridiumgehalte in Platin 287
Józefowicz, K., siehe Adamski, L.
Jungermann, E., siehe Kilheffer jr., J. V.
Jungreis, E., siehe Soriano, J. C.
Juránek, J., und A. Ambrová, Bestimmung von Kohlenstoff in Eisen und Eisenlegierungen 284
Jureček, M., M. Hubík und M. Večeřa, Identifizierung aliphatischer Äther 228. — Siehe auch Gasparič, J., sowie Jeník, J.

Kaffka, K., siehe Jáky, M.
Kakita, Y., und H. Gotô, Extrahierbarkeit von Zink-, Magnesium- und Berylliumoxinaten mit Isobutylmethylketon 451
Kala, H., Nachweis natürlicher und synthetischer Diuretica 383
Kaláb, V., und J. Řepiš, Derivative Potentiometrie von Melamin und Ammelin 296
Kalckar, H. M., siehe Anderson, E. P.
Kallmann, S., H. K. Oberthin und J. O. Hibbits, Bestimmung Seltener Erden in Be-, U-, Zr- und Ti-metall, -legierungen und -oxiden 132
Kamp, W., Bestimmung von Cantharidin in Cantharis 385
Kanao, S., siehe Ishidate, M.
Kanno, T., Reaktion von Germanium mit Cyanidinchlorid, Naringenin, Tiron, Alizarin S, Hämatoxylin, Hämatein und 4′-Hydroxyphenylfluoron 455
Kański, M., siehe Szwaj, M.
Kapitańczyk, K., Z. Kurzawa und Z. Prymiński, Photocolorimetrische Bestimmung von Eisen mit Natriumazid 458
Karabatur, A. A., siehe Kaufmann, H. P.
Karavaeva, E. A., siehe Turjan, A. I.
Kargin, Ju. M., und E. A. Berdnikov, Unbewegliche Quecksilberelektrode für mikroanalytische Bestimmungen 210
Karlsson, K.-A., Trennung von Sphingosin und Dihydrosphingosin durch Papierchromatographie mit umgekehrten Phasen 384
Kassner, E. L., V. M. Benson und E. E. Creitz, Flammenphotometrische Lithiumbestimmung in lithiumhaltigen Mineralien 68

Katsura, T., siehe Iwasaki, I.
Kaufmann, H. P., Analyse von Fettsäuren 297
Kaufmann, H. P., und J. Budwig, Analyse von Fettsäuren 297
Kaufmann, H. P. und D. K. Chowdhury, Trennung von Fettsäuren 233
Kaufmann, H. P., und A. A. Karabatur, Trennung von Fettsäuren 233
Kaufmann, H. P., und Z. Makus, Systematik der papierchromatographischen Trennung von Fettsäuregemischen 233
Kaufmann, H. P., und E. Mohr, Analyse von Fettsäuren 297
Kaufmann, H. P., und H. Schnurbusch, Trennung von Fettsäuregemischen 233
Kaufmann, H. P., und R. K. Sud, Fettsäurezusammensetzung einiger Konjuenöle 298
Kawahata, M., H. Mochizuki und T. Misaki, Phosphorbestimmung in niob- und tantalhaltigen Stählen 139
Kawase, A., siehe Yanagihara, T.
Kawase, T., siehe Yoshimori, Z.
Kawashima, T., siehe Nozaki, T.
Keil, G., siehe Boeck, E.
Keller, E., Bestimmung von Jod in Jodtinktur DAB 6 299
Kelley, M. T., H. C. Jones und D. J. Fisher, Titrationsapparatur mit elektronisch kontrolliertem Potential für die coulometrische Redox-Titration von Plutonium 50
Kemula, W., W. Brachaczek und A. Hulanicki, Bestimmung von Quecksilber in Salzsole, Ätznatron oder in technischer Natronlauge 146
Kemula, W., und K. Brajter, Ausnutzung des Ionenaustauschvermögens des Papiers zur Cadmium-Indiumtrennung 115
Kershaw, F. G., siehe Stanford, N.
Kesser, G., siehe Ross, L. E.
Kett, U., siehe Luther, H.
Keulemans, A. I. M., Berechnung der temperaturabhängigen theoretischen Bodenhöhe einer Kolonne 437
Khalifa, H., und S. W. Bishara, Solochrome Violett R. S. as a New Colorimetric Reagent. Part III. Microdetermination of Molybdenum 96 [Or]
Kidman, L., C. L. Darwent und G. White, Bestimmung von Tantal im Stahl 140
Kienitz, H., Physikalische Methoden in der analytischen Chemie 197
Kiff, P. R., siehe Dixon, B. E.
Kilheffer jr., J. V., und E. Jungermann, Bestimmung von freiem Polyäthylenglykol in kationischen Äthylenoxidkondensaten 152. — Untersuchung von Methylestern der gesättigten Fettsäuren 234
King, R. W., siehe Fabricio, F. A.
Kingsley, G. R., und G. Getchell, Bestimmung von Glucose in biologischen Flüssigkeiten durch Verwendung der Glucoseoxydase 398
Kinsley, M. T., J. B. Cumming und H. L. Finston, Analyse der Caesiumisotope 134 und 137 211
Kirillov, P. L., F. A. Kozlova, V. I. Subbotin und N. M. Turčin, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes in Natrium 277
Kirkland, J. J., Trennung von Sulfonsäuren und deren Salzen 463
Kirkman, H. N., und E. S. Maxwell, Bestimmung von Galaktose-1-phosphat in Erythrocyten 160
Kiss, S. A., Mercurimetrische Bestimmung von Thiosulfat 251 [Or]
van Klaveren, F. W., und G. Vaillancourt, Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 394
Klein, D., und J. M. Chernaik, Bestimmung von butanolextrahierbarem Jod im Serum 392
Kleinstein, A., siehe Papafil, M.-A.
Klement, R., siehe Sansoni, B.
Kljačko, Ju. A., und O. D. Larina, Erfassung der Gase in Metallen 368
Kloppenburg, H.-G., siehe Jackwerth, E.
Klotter, H.-E., und R. Neussel, siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Knauff, H. G., P. Dieterle und H. Zickgraf, Bestimmung von 21 freien Plasma-Aminosäuren bei gesunden Versuchspersonen 394
Koch, H., Radiometrische Bestimmung von Thallium mit ^{60}Co-markiertem Kobalthexamintrichlorid 454
Koch, R. C., und G. L. Grandy, Bestimmung von Xenon und Krypton 40
Kodama, K., und H. Shiio, Bestimmung von Borsäure 213
König, P., siehe Dickens, P.
Koessler, K. K., und M. T. Hanke, Nachweis von Histamin 317
Középesy, Gy., siehe Salgó, É.
Kojima, T., siehe Funasaka, W.

Kolthoff, I. M., W. Stricks und L. Morren, Apparatur für amperometrische Titrationen 218
Konopik, N., Polarographische Bestimmung von Germanium 115
Konupčík, M., siehe Manoušek, O.
Korkisch, J., Spektrophotometrische Methode zur Bestimmung von Mikrogrammengen Titan mit dem Azofarbstoff Solochromschwarz RN 92 [Or]. — Beiträge zur analytischen Chemie des Zirkoniums. VIII. Azofarbstoffe als Reagentien zur spektrophotometrischen Bestimmung von Mikrogrammengen Zirkonium 253 [Or]
Korkisch, J., und G. E. Janauer, Methods for the Spectrophotometric Determination of Thorium and Tetravalent Uranium by means of the Azodye Solochrome Fast Grey R.A.S. 26 [Or]
Kotarski, A., und Z. Marczenko, Photocolorimetrische Bestimmung kleiner Mengen Selen 117
Kovách, A., und G. Vastagh, Bestimmung von Aluminium in Arzneipräparaten 299
Kovbuz, M. A., R. V. Kučer und E. M. Bugrova, Kontrolle des Oxydationsprozesses von Isopropylbenzol 151
Kowalsky, A., und P. D. Boyer, Bestimmung der Carboxylendgruppen mit Carboxypeptidase in Sauerstoff-18- Wasser und ihre Anwendung auf Aldolase 319
Kozlov, F. A., siehe Kirillov, P. L.
Kozlova, A. B., siehe Černichov, Ju. A.
Kraljić, I., Zersetzung des Hexacyanoferrats(II) durch Silber und photometrische Silberbestimmung 448
Kranz, M., und J. Krzyżniak, Colorimetrische Vanadiumbestimmung als Vanadylsulfat 116
Krasnova, G. V., siehe Dackevič, A. A.
Krausz, I., siehe Alimarin, I. P.
Krejčí, M., Trennung von Krypton, Stickstoff und Methan 202. — Siehe auch Janák, J.
Krešков, A. P., V. A. Drozdov und E. G. Vlasova, Titrimetrische Bestimmung von stickstoff- und carboxylhaltigen silicoorganischen Verbindungen in nichtwäßrigem Medium 461
Kresze, G., siehe Uhlich, U.
Krieger, H. L., J. E. Gilchrist und S. Gold, Konzentrierung von radioaktiven Nukliden und Nachweis von Kobalt-60 und Zink-65 im Regenwasser 276
Krijn, G. C., und G. den Boef, Bestimmung von Kationen mit Hilfe von Thioacetamid und ÄDTA 208. — Trennung von Eisen von den Elementen der 2. und 3. Gruppe 457
Krijn, G. C., C. J. J. Rouws und G. den Boef, Kupferbestimmung 211
Kroes, A. A., siehe Vink, C. L. J.
Krugers Dagneaux, E. L., und P. Raymond, Zuckerbestimmung nach Luff-Schoorl 120
Krzyżniak, J., siehe Kranz, M.
Kucenko, Yu. I., siehe Antipova-Karataeva, I. I.
Kučer, R. V., siehe Kovbuz, M. A.
Kucera, E. T., siehe Ross, L. E.
Kuhns, L. J., siehe Braman, R. S.
Kulonen, E., siehe Haahti, E.
Kunz, G., siehe Boeck, E.
Kupfer, G., siehe Drawert, F.
Kurahashi, K., siehe Anderson, E. P.
Kuranov, A. A., V. D. Ponomareva und N. I. Čencova, Bestimmung der Beimengungen in Iridium und Rhodium 286
Kurtz, D. M., siehe Beesing, D. W.
Kurzawa, Z., Bestimmung von Methionin sowie Methionin und Cystin nebeneinander 396. — Bestimmung von Cystin und Cystein durch Reaktion mit Natriumazid und Jod 395. — Siehe auch Kapitańczyk, K.
Kurzawa, Z., und Z. Meybaum, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff durch Umsetzung mit Natriumazid und Jod 463
Kurzawa, Z., und A. Suszka, Bestimmung von Cystin und Cystein durch Reaktion mit Natriumazid und Jod 396
Kuznecova, O. M., siehe Babenišev, V. M.

Lambert, J. L., Cadmiumjodid-Stärke-Reagens 219
Lanese, J. G., siehe Jaselskis, B.
de Lange, P. W., Radiometrische Bestimmung von Uran und Thorium in Erzen 67
Langer, S. H., C. Zahn und G. Pantazoplos, Gaschromatographische Trennung aromatischer Verbindungen an Tetrahalogenphthalsäureestern 438
Langlois, W. E., siehe Dal Nogare, S.
Lapickaja, M. D., siehe Dackevič, A. A.

Lard, E. W., und R. C. Horn, Gaschromatographische Trennung und Bestimmung von Argon, Sauerstoff und Stickstoff in Gasgemischen 129
Larina, O. D., siehe Kljačko, Ju. A.
Larsen, R. P., und C. A. Seils jr., Bestimmung von Uran und Plutonium in U-Pu-Legierungen der radioaktiven Zerfallselemente 136
Laschet, U., und W. Hohlweg, Austesten neuer Glucocorticoidpräparate 78
Lassner, E., und R. Scharf, Bestimmung von Molybdän 59. — Bestimmung von Wolfram und Molybdän ohne vorherige Trennung 60.
Latremouille, G. A., siehe Eastham, A. M.
Latuchova, A. G., siehe Dackevič, A. A.
Lay, B., siehe Hörhammer, L.
LeBlanc, R. B., und R. T. McFadden, Bestimmung von Chloridionen in Äthylenglykol 152
Leboeuf, M. B., siehe Connally, R. E., sowie Miller, D. G.
Leclercq, S., Bestimmung von Chloramphenicol in Anwesenheit anderer Substanzen 306
Lecoq, R., Spezifität des Barbituratnachweises nach Pesez 384
Ledvina, M., Bestimmung von β-Lipoprotein in Blutserum 159
Lefèvre, C., siehe Balatre, P.-H.
Legate, C. E., und H. D. Burnham, Analyse von Organophosphor- und Thiophosphorverbindungen 230
Lehmann, E., und H. Birsgal, Pflanzenanalyse nach der Ameisensäuremethode 119. — Anwendbarkeit der Ameisensäuremethode zur Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein in landwirtschaftlichen Produkten 293
Lehmann, E., und H. Schanze, Halbmikroanalyse verschiedener Pflanzen 120
Leibnitz, E., U. Behrens und H. Czech, Quantitative Bestimmung von Brenzcatechin und dessen Derivaten in Phenolöl 149
Leibnitz, E., U. Behrens, L. Riedel und A. Gabert, Bestimmung von m- und p-Kresol 464
Leiner, K. Y., siehe Lowry, O. H.
Lembrez, Y., J. Storck und B. Terlain, Nachweis und Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure in Wein, Harn und Blut 156
Lenahan, J. G., siehe Phillips, G. E.
Leonard, M. A., siehe Belcher, R.
Lepeintre, M., J. Dupuy und J. Ouvrard, Bestimmung von Chlordioxid neben Chlor 63
Lerman, M. I., siehe Majmind, V. I.
Lesser, R., Nachweis anorganischer Gase im Ionisationsdetektor 201
Levi, M. C., und J. Danon, Trennung des Poloniums von Se, Te, RaD und RaE 58
Levy, A. L., siehe Fraenkel-Conrat, H.
Lew, M., siehe Bubernak, J.
Lewin, M., siehe Epstein, J. A.
Lijinsky, W., Chromatographische Bestimmung von Spuren polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe in Petroleumwachsen 294
Lindley, G., Spektrophotometrische Bestimmung von Kobalt in Kupferlegierungen 131
Lindner, A. F., und A. Patschky, Analytische Beurteilung Südtiroler Weine 239
Linek, K., siehe Peciar, C.
Link, K. P., siehe Eisenhauer, H. R., sowie Stahmann, M. A.
Liptay, G., siehe Erdey, L.
Liquori, A. M., siehe Carelli, V.
Ljubimova, L. N., und V. G. Sočevanov, Polarographische Untersuchung konzentrierter Lösungen 440
Lock, C. J. L., und L. C. Bogar, Abtrennung und Bestimmung der Bestandteile von Wasser, welches bei hoher Temperatur unter hohem Druck stand 129. — Siehe auch Bogar, L. C.
Löffler, A. W., siehe Vorstenburg, F.
Long, C., B. Shapiro und D. A. Staples, Chromatographische Abtrennung von serinhaltigen Phosphatiden aus Rattenhirn 393
Loveland, J. W., siehe Fabricio, F. A.
Lovell, H. L., siehe Maneval, D. R.
Lovelock, Argon-Jonisations-Detektor 274
Lovelock, J. E., Nachweis anorganischer Gase im Ionisationsdetektor 201
Loveridge, B. A., R. K. Webster, J. W. Morgan, A. M. Thomas und A. A. Smales, Bestimmung von Strontium in Mineralien und biologischem Material 370
Lowry, O. H., N. R. Roberts, K. Y. Leiner, M.-L. Wu und A. L. Farr, Fällung von Lipoiden 160

Luddecke, H. F., siehe Phillips, G. E.
Lüdde, K. H., Physikalisch-chemische Untersuchungsverfahren im Apothekenlaboratorium 299
Lukin, A. M., und G. S. Petrova, Neues Farbreagens auf Blei 52
Lukjanov, V. F., und L. I. Sedina, Bestimmung von Wismut und Blei in Wismut-Bleilegierungen 138. — Siehe auch Černichov, Ju. A.
Lundgren, S., siehe Forberg, S.
Luther, H., O. Abel, U. Kett und K.-C. Traenckner, Gravimetrische und volumetrische Messungen zum Entgasungsverhalten von Kohlen 377
Lux, R., siehe Rink, M.
Lyles, G. L., siehe West, P. W.
Lysyi, I., Trennung von Nitrilen 232
Lytle, R. I., siehe Moffat, E. A.

McBryde, W. A. E., siehe Bounsall, E. J., sowie Maynes, A. D.
McCarley, R. E., siehe Jowanovitz, L. S.
McCoy, P. F., siehe Pearl, I. A.
McDonald, A. M. G., Nomenklatur der Komplexbildner 443
McDonald, B. L., siehe Stevenson, T. D.
McDowell, P. E., siehe Schepartz, A. I.
McFadden, R. T., siehe LeBlanc, R. B.
McKend, J., Analyse der bei der Gewinnung von Uranmetall anfallenden Magnesiumfluoridschlacke 288
McKennell, R., Viscositätsmessung von nicht-Newtonschen Flüssigkeiten 443
McKenzie, D. R., Bestimmung des Uran-255-Abbrandes in bestrahltem natürlichem Uran 280
Mackintosh, W. D., Wirksamkeit des Zonenschmelzens bei der Reinigung von Aluminium 279
McLafferty, F. W., und R. S. Gohlke, Massenspektren aromatischer Ester 237
McNatt, F. B., siehe Jowanovitz, L. S.
Maeck, W. J., G. L. Booman, M. C. Elliott und J. E. Rein, Abtrennung und Bestimmung von Neptunium-237 in Uran-Spaltprodukten 136. — Bestimmung von Fluorid 61
Maeck, W. J., und J. E. Rein, Bestimmung von Jod-131 in Uran-Spaltprodukten 281
Maehly, A. C., siehe Bonnichsen, R.
Maekawa, S., und M. Ebihara, Bestimmung von Phosphor in Ferromangan, Ferromolybdän und Ferrovanadin 143
Mahr, C., Photometrische Bestimmung von Quecksilber 452
Maiorovici, C., und Z. Cojocaru, Bestimmung von Papaverin in pharmazeutischen Zubereitungen 387
Majer, J., siehe Šaršúnová, M.
Majmind, V. I., M. I. Lerman und L. A. Nejman, Messung der Radioaktivität von nichtflüchtigen ^{14}C-markierten Verbindungen 206
Majumdar, A. K., und A. K. Mukherjee, Bestimmung von Niob, Tantal, Titan und Zirkonium nebeneinander 56. — Abtrennung des Niobs oder Tantals von anderen Ionen 56
Makus, Z., siehe Kaufmann, H. P.
Mallik, K. L., und B. Sen, Spezifische Tüpfelreaktion auf Eisen 64
Mamiya, M., Absorptionsspektren von Nickel- und Kobaltsalzen im nahen Infrarot 65
Maneval, D. R., und H. L. Lovell, Röntgenfluorescenz-spektrometrische Bestimmung höherer Konzentrationen von Lanthan, Cer, Praseodym und Neodym 46
Manning, D. L., und O. Menis, Hochfrequenztitrimetrie 205
Manning, D. L., und S. C. White, Reaktion von Zirkonium und Hafnium mit Alizarin-S 116
Manoušek, O., M. Konupčík und J. Davídek, Bestimmung von 1,3-Dimethyl-4-amino-5-nitrosouracil 385
Marciszewski, H., und A. Grzeszkiewicz, Bestimmung von 1,3-Dimethyl-4-amino-5-nitrosouracil 385
deMarco, C., siehe Cavallini, D.
Marczenko, Z., siehe Kotarski, A.
Margerum, D. W., und F. Santacana, Abtrennung kleiner Mengen Zink von anderen Metallen 44
Marinetti, G. V., und E. Stotz, Chromatographie von Serumlipiden ohne vorherige Extraktion 313
Markunas, P. C., siehe Cundiff, R. H.
Marsen, H., siehe Hessler, W.
Marshall, R. R., und D. C. Hess, Bestimmung von Blei in kleinen Mengen in Meteoriten und Gesteinen 67
Martin, A. J. P., siehe James, A. T.
Martin jr., D. S., siehe Jowanovitz, L. S.
Martin, F., und M. Pallière, Analyse technischer Methylchlorphenoxyessigsäure 151

Martin, G. E., J. I. Munn und L. Biskup, Bestimmung von Methämoglobin im Blut 399
Martínek, K., und J. Gottfried, Radiometrische Kaliumbestimmung in der Betriebskontrolle der Herstellung von Vanadiumkontaktmasse und von Kaliumpermanganat 373
Marx, W., siehe Spolter, L.
Mašek, J., Bestimmung der Elektronigkeit von Elektrodenreaktionen 205
Massé, C., siehe Valette, G.
Matano, N., siehe Yanagihara, T.
Mathes, H., siehe Grassmann, W.
Matlack, G., siehe Bubernak, J.
Matthews, J. S., F. H. Burow und R. E. Snyder, Trennung und Identifizierung von C_3-Aldehyden 232
Matussek, N., Quantitative Mikrobestimmung von Histamin in Gewebsextrakten 317
Mauron, J., siehe Handwerck, V.
Maxwell, E. S., siehe Kirkman, H. N.
May, H. E., siehe Affsprung, H. E.
Maynes, A. D., und W. A. E. McBryde, Bestimmung von Blei als Dithizonat 70
Mazáček, J., siehe Vetejška, K.
Meadow, M., siehe Boyd, R. N.
Medicus-Poethke, Kurze Anleitung zur Maßanalyse mit besonderer Berücksichtigung der Vorschriften des DAB 6 und des Erg.-B. 6 75 [L]
Meites, L., siehe Catherino, H. A.
Mele, A., siehe Carelli, V.
Menis, O., siehe Manning, D. L.
Menke, K. H., siehe Scharpenseel, H. W.
Menke, M. R., siehe Hibbits, J. O.
Merritt jr., C., siehe Walsh, J. T.
Messerly, J. P., siehe Hishta, C.
Metz, C. F., siehe Waterbury, G. R.
Meybaum, Z., siehe Kurzawa, Z.
Michalski, E., und M. Turowska, Identifizierung niedermolekularer aliphatischer Alkohole 227. — Bestimmung von Methanol und Äthanol 227
Mikl, O., und J. Pech, Bestimmung von Schwefel durch Verbrennung in der geschlossenen Flasche 378
Miller, D. G., und M. B. Leboeuf, Bestimmung von Uran-235 an der Oberfläche der Umhüllung von Uranbrennelementen 135
Miller, F.C., siehe Morgan, W. W.
Miller, F. D., siehe Bartsch, R. C.
Miller, G. L., Analyse von Oligosacchariden 234
Miller, G. L., J. Dean und R. Blum, Analyse von Oligosacchariden 234
Miller, W. L., und L. E. Wachter, Bestimmung von Quecksilber 146
Milos, C., Spektralphotometrische Bestimmung von Amphetamin 80
Milun, A., siehe Nelson, J.
Minczewski, J., und A. Fołdziñska, Mikrobestimmung vonKupfer, Nickel, Cadmium und Zink 114
Minczewski, J., und W. Żmijewska, Verhalten von Diphenylcarbazon als analytisches Agens 444
Mingarra, E., siehe Camuñas, A.
Ministry of Agriculture, Fisheries and Food. Specifications and Methods of Analysis for Certain Pesticides 127 [L]
Mirzojan, N. A., siehe Elinson, S. V.
Misaki, T., siehe Kawahata, M.
Miyake, S., siehe Takahashi, T.
Miyamoto, M., Untersuchung von Gold 131
Mizoguti, Bestimmung von Eisen und Titan nebeneinander 71
Mochizuki, H., siehe Kawahata, M.
Moffat, E. A., und R. I. Lytle, Identifizierung von Aminosäuren auf Papierchromatogrammen 157
Mohr, E., siehe Kaufmann, H. P.
Mondovi, B., siehe Cavallini, D.
Moneypenny, H. K., Gerät zur Kohlendioxidbestimmung 225
Monnier, D., W. Haerdi und J. Vogel, Neutronenaktivierungsanalyse von Stählen auf Kobalt 143
Monnier, D., J. Vogel, W. Haerdi und P. E. Wenger, Polarographische Bestimmung von Kobalt 143. — Siehe auch Haerdi, W., sowie Vogel, J.
Montequi, R., und C. Serrano, Natriumtetraphenyloborat und seine analytischen Anwendungen 444
Moore, F. L., Extraktion von Polonium-208 aus Wismut-Target-Lösungen 75. — Abtrennung von Uran und Plutonium durch Lösungsmittelextraktion 214
Moore, S., und W. H. Stein, Bestimmung von Aminosäuren 157, 393. — Siehe auch Spackman, D. H.
Morgan, J. W., siehe Loveridge, B. A., sowie Webster, R. K.
Morgan, W. W., R. G. Hart, F. C. Miller und W. J. Olmstead, Bestimmung von Xenon 40
Mori, K., Bestimmung von Calcium 390
Morita, N., siehe Hozumi, K.
Morren, L., siehe Kolthoff, I. M.

Mošinskaja, M. B., siehe Dackevič, A. A.
Moskowitz, A., J. Dasher und H. W. Jamison jr., Bestimmung von freien Säuren in Metallbeizen 75
Moszczyńska, J., siehe Górski, A.
Motojima, K., H. Yoshida und K. Izawa, Spektrophotometrische Bestimmung von Mikromengen Uran 214
Mücke, D., und W. Dummler, Mikrobiologische Bestimmung des Vitamins B_{12} 240
Müller, R., siehe Cremer, E.
Münchow, P., Trennung und Bestimmung von Niob und Tantal 117
Mukaewaki, K., Bestimmung von Schwefel in Eisen und Stahl 141
Mukherjee, A. K., siehe Majumdar, A. K.
Munk, H., Bestimmung von Phosphorsäure im Boden 74
Munn, J. I., siehe Martin, G. E.
Muraca, R. F., siehe Burns, E. A.
Mutschler, E., und H. Rochelmeyer, Titration schwacher Säuren, wie Barbitursäuren, Sulfonamide und Säurekomponenten von Alkaloidsalzen 302
Myers, M. N., siehe Reed, L. L.

Nadalin, R. J., und W. B. Brozda, Bestimmung von Vanadium in kleinen Mengen von Ölrückständen 381
Nadeau, H. G., und D. M. Oaks jr., Bestimmung von Diboran, Dichlorboran und Trichlorboran nebeneinander 453
Nagai, H., siehe Onishi, H.
Nager, M., siehe Peurifoy, P. V.
Nano, G. M., Bestimmung der Rhabarber-Anthrachinone durch Elektrophorese, Gegenstrom-Verteilung und Papierchromatographie 304
Narang, A. S., siehe Singh, B.
Natelson, S., und B. Sheid, Bestimmung von Chlor und Schwefel in Serum 155
Naumann, R. V., P. W. West, F. Tron und G. C. Gaeke jr., Bestimmung von Schwefeldioxid in der Luft mit p-Rosanilin und Formaldehyd 57
Navellier, P., R. Brunin und M. Surre, Bestimmung des Fettgehaltes in Milch 121
Nazarenko, V. A., und E. A. Biryuk, Reagens zur Bestimmung von Titan 52
Neace, J. C., Alkalimetrische Bestimmung kleiner Mengen Bor 45
Neeb, R., Die colorimetrische Bestimmung kleiner Molybdänmengen nach einem modifizierten Rhodanidverfahren 10 [Or]
Neely, E. E., Analyse eines Gases aus Chlorzellen durch Gaschromatographie 129
Nejman, L. A., siehe Majmind, V. I.
Nelson, J., und A. Milun, Bestimmung primärer Fettamine 229
Nerdel, F., siehe Petrowitz, H. J.
Neussel, R., siehe Klotter, H.-E.
Newman, L., T. Prach und H. L. Finston, Analyse eines Reaktorbrennstoffes aus Wismut-Metallegierungen 283
Nichols, P. N. R., Bestimmung von Titan mit Tiron 53
Niemöller, H. J., und H. Beindorf, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Lebensmitteln 239
Nikkari, T., siehe Haahti, E.
Nilsson, G., Über eine neue Farbreaktion auf Thiosulfate 24 [Or]
Nishino, K., siehe Itsuki, K.
Dal Nogare, S., und W. E. Langlois, Lineare, kontinuierliche Temperaturerhöhung im Verlauf von gaschromatographischen Trennungen 199
Nordlander, S., siehe Bonnichsen, R.
Nordling, W. D., Photometrische Bestimmung des Chroms ohne vorherige Abtrennung von der Matrix der Legierung 142
Norris, M. S., siehe O'Connor, J. G.
Novobilský, V., siehe Procházková, V.
Novotná, M., siehe Gasparič, J.
Nozaki, T., T. Kawashima, H. Baba und H. Araki, Bestimmung der Halogene in hochreinem Silicium 282
Nürnberg, H. W., Überblick über die Anwendung der Polarographie in der organischen Chemie 440
Nylen, P., und N. Wigren, Einführung in die Stöchiometrie 435 [L]

Oaks jr., D. M., siehe Nadeau, H. G.
Oberthin, H. K., siehe Kallmann, S.
O'Connor, J. G., und M. S. Norris, Kohlenwasserstoffgruppenanalyse durch Molekularsieb-Adsorption 226
Oehme, F., Meßzellen zur dielektrischen Werkstoffprüfung 210
Ogg, C. L., W. W. Bates jr., E. Cogbill, L. S. Harrow und E. L. Petersen, Spektralphotometrische Bestimmung der Gesamtalkaloide von Tabak 307

Ohloff, G., siehe Petrowitz, H. J.
Oi, N., Spektralphotometrische Bestimmung kleiner Mengen Cadmium 45
Okáč, A., und M. Vrchlabský, Reaktionen des Glyoxal-bis-(2-hydroxyanils) mit Seltenen Erden und Zinn(II)-salzen 425 [Or]
Olmstead, W. J., siehe Morgan, W. W.
Olson, D. G., Schnelle quantitative Analyse von Nuklidgemischen 206
O'Neal jr., M. J., siehe Carlson, E. G.
Onishi, H., N. Ishiwatari, und H. Nagai, Borbestimmung in Uranproben 134
Opieńska-Blauth, J., M. Sanecka und M. Charezíński, Empfindlichkeit des Fluorescenztestes auf Aminosäuren 157
Oplinger, G., Bestimmung von Natriumhydroxid in Natriumhypochlorit 291
Ortegren, V. H., siehe Hunter, I. R.
van Os, F. H. L., und G. D. de Boer, Bestimmung von Citronellol 301
van Os, F. H. L., und E. T. Elema, Bestimmung von Citronellol in Gegenwart von Geraniol 301
van Os, F. H. L., und J. Sissing, Bestimmung von Geraniol in Citronella-Öl 301
Ouvrard, J., siehe Lepeintre, M.
Owens II, E. G., und J. H. Yoe, Spektralphotometrische Berylliumbestimmung mit 2-Phenoxychinizarin-3,4'-disulfonsäure 43

Palej, P. N., und Čžan Venj-cin, Bestimmung von Plutonium(IV) mit Arsenazo I 50
Pallière, M., siehe Martin, F.
Palm, K., Bestimmung der Verunreinigungen von Tetrachlorkohlenstoff und Benzol 150
Pančenko, I. D., Derivative Polarographie an festen, rotierenden Elektroden in Salzschmelzen 205
Pandey, C. M., siehe Deshmukh, G. S.
Pantazoplos, G., siehe Langer, S. H.
Papafil, M.-A., D. Furnică und N. Hurduc, Bestimmung von Kupfer mit Tetraphenyloxalamiden 42
Papafil, M.-A., und A. Kleinstein, Colorimetrische Mikrobestimmung von Eisen in biologischen Flüssigkeiten 156
Parker, C. A., und W. T. Rees, Fluorescenzspektrophotometrie 198
Parker, F. M., siehe Tourtellotte, W. W.
Paściak, J., Verwendung und Reinigung von Tetrabutylammoniumjodid als Grundelektrolyt für die Polarographie 441
Pasztor, L. C., und J. D. Bode, Photometrische Bestimmung von Bor 45
Pátek, V., siehe Jeník, J.
Patriarche, G., Bestimmung von Arsen und Antimon in organischen Verbindungen, besonders in Arzneimitteln 382
Patschky, A., siehe Lindner, A. F.
Pauckner, W., siehe Grassmann, W.
Paulik, F., siehe Erdey, L.
Paulissen, G. T., siehe Carlson, E. G.
Pavlů, J., und Šula, J., Nachweis und Bestimmung von Spuren 3,4-Benzpyren in biologischem Material 314
Pearl, I. A., und P. F. McCoy, Verwendung stabilisierter Diazosalze als Sprühreagentien auf aromatische Amine und Phenole 235
Pech, J., siehe Mikl, O.
Peciar, C., und K. Linek, Bestimmung von Natriumchlorid und Theophyllin nebeneinander 79
Peekema, R. M., siehe Scott, F. A.
Pellerano, C., siehe Franchi, G.
Pelloni, V., siehe Sterescu, M.
Pence, J. W., siehe Hunter, I. R.
Perkins, R. W., Radiochemische Analyse des Reaktorabwassers in Hanford 275
Pesez, M., Barbituratnachweis 384
Petersen, E. L., siehe Ogg, C. L.
Petrova, G. S., siehe Lukin, A. M.
Petrowitz, H. J., F. Nerdel und G. Ohloff, Trennung stereoisomerer Menthole 237
Petzold, J., siehe Feinberg, H.
Peurifoy, P. V., und M. Nager, Tüpfeltest für Stickstoffverbindungen in Erdölfraktionen 379
Pfeifer, S., siehe Rösler, C., sowie Zarnack, J.
Pfeifer, V., Bestimmung von Wolfram mit Rhodanid 59
Phillips, G. E., H. F. Luddecke, J. S. Breuchaud und J. G. Lenahan, Bestimmung der Prothrombinaktivität im Blut 320
Pierce, J. B., siehe Astle, M. J.
Pietri, C. E., und J. A. Baglio, Oxydimetrische Bestimmung von metallischem Plutonium 50
Pobedina, L. I., siehe Elinson, S. V.
Pohloudek-Fabini, R., und T. Beyrich, Papierchromatographische Ent-

wicklung niederer Alkohole in Form ihrer Xanthogenate 228. — Bestimmung von freien und veresterten Alkoholen in ätherischen Ölen 300
Poluektov, N. S., und S. B. Popova, Gegenseitiger Einfluß von Elementen auf die Strahlungsintensität in der Flamme 197
Ponomareva, V. D., siehe Kuranov, A. A.
Popa, M., und M. Sterescu, Bestimmung und Identifizierung von Theophyllin neben Glucose und Natriumsalicylat in Injektionslösungen 80
Popoff, A., Bestimmung von Kupfer in gefärbten Alkohol-Wasser-Gemischen 119
Popova, S. B., siehe Poluektov, N. S.
Porter, R. R., Abtrennung von ε-Aminogruppen 397
Porter, W. L., siehe Talley, E. A.
Possidoni de Albinati, J. F., Nachweis von Calcium, Strontium und Barium 449
Povondra, P., R. Přibil und Z. Šulcek, Austauschverhalten von Mangan(II)-Ionen und von Erdalkaliionen 457
Prach, T., siehe Newman, L.
Preece, E. R., siehe Webster, R. K.
Pretorius, V., siehe de Wet, W. J.
Přibil, R., siehe Povondra, P.
Přibyl, M., Bestimmung von Wasserstoff in flüssigen Kohlenwasserstoffen 223
Price, J. W., siehe Williams, D. J.
Prieto, A., siehe Bermejo, F.
Probsthain, K., Die Bromaufnahme von Phenolen, Phenolalkoholen und Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten 409 [Or]
Procházková, L., Über die Anwendung des Chloranilsäureverfahrens zur colorimetrischen Sulfatbestimmung im Wasser 103 [Or]
Procházková, V., J. Dvořák, Z. Řezáč und V. Novobilský, Bestimmung der Verunreinigungen und Beimischungen in Titan(IV)-chlorid und Titanweiß 290
Pruvot, E., siehe Bril, J.
Prymiński, Z., siehe Kapitańczyk, K.
Pukas, T., Spektralphotometrische Bestimmung von Gallium 215
Pungor, E., siehe Schulek, E.
Pust, H., siehe Greene, S. A.

Radford, A. J., Photometrische Palladiumbestimmung mit 2-Mercapto-4,5-dimethylthiazol 65
Radley, E. T., Halbmikrogasanalyse von atmosphärischer Luft 127
Radmacher, W., und A. Hoverath, Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff sowie Schwefel in festen und flüssigen Brennstoffen 378
Raisch, M., siehe Eisenbrand, J.
Ralls, J. W., Bestimmung von Carbonylverbindungen 230, 231
Ramsay, J. A., H. J. Brown und S. W. H. W. Falloon, Flammenphotometer 390
Rao, G. Prabhakar, und A. R. Vasudeva Murthy, Potentiometric Titrations in Nonaqueous Cerimetry 358 [Or]
Ratcliffe, J., und P. Smith, Nachweis einiger Amine im Harn 156
Rationalisierungs-Kuratorium der Deutschen Wirtschaft, Chemische Technik in USA 126 [L]
Ray, A. K., und P. Rây, Bestimmung von Kupfer und Nickel 211. — Spektralphotometrische Bestimmung von Uran mit 3-Oximino-methylsalicylsäure 47
Rây, P., siehe Ray, A. K.
Raymond, P., siehe Krugers Dagneaux, E. L.
Raynaud, M., J. Blass und A. Turpin, Untersuchung von Rinderserumalbumin 397. — Siehe auch Blass, J.
Rebelein, H., Beurteilung von Weinen 239
Reed, L. L., M. N. Myers und W. W. Sabol, Bestimmung kurzlebiger Uranspaltprodukte in der Luft 274
Rees, W. T., siehe Parker, C. A.
Rehm, C. R., und J. B. Smith, Bestimmung von Hydrochlorthiazid und seinem Hydrolyseprodukt 77
Reilley, C. N., und G. P. Hildebrand, Indirekte Spektrophotometrie 436. — Siehe auch Guerrin, G.
Rein, J. E., siehe Maeck, W. J.
Řepiš, J., siehe Kalář, V.
Reschke, R. F., siehe Hishta, C.
Řezáč, Z., siehe Procházková, V.
Richter, K., siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Riedel, L., siehe Leibnitz, E.
Riemhofer, M., siehe Rink, M.
Rink, M., R. Lux und M. Riemhofer, Bestimmung von Sulfaten organischer Basen 79
Risdon, E. J., siehe Irving, H.
Roberts, N. R., siehe Lowry, O. H.
Robinson, J. W., Anhebung der Linienintensitäten in der Flamme 436

Rochelmeyer, H., siehe Mutschler, E.
Rodriguez-Roda, C., siehe Buscarós, F.
Rösler, C., S. Pfeifer und F. Weiss, Bestimmung von Morphin im Opium 387
Rogers, H. J., siehe Weidmann, S. M.
Rogers, R. N., siehe Yasuda, S. K.
Rooney, R. C., Bestimmung von Kobalt in hochlegierten Stählen 144
Rose, B. A., siehe Blake, A. J.
Rosholt jr., J. N., und J. R. Dooley jr., Berechnung und Messung radiochemischer Analysen 441
Ross, L. E., G. Kesser und E. T. Kucera, Colorimetrische Bestimmung von Palladium in Legierungen des Urans mit Spaltelementen 136
Roston, S., siehe Stevenson, T. D.
Rotondaro, F. A., Bestimmung von Barbitursäurederivaten in pharmazeutischen Präparaten 302
Rouws, C. J. J., siehe Krijn, G. C.
Rudnicki, R., siehe Wieczffiński, K.
Rüdorff, W., und H. Zannier, Herstellung und Verwendung von Tetraphenyloboraten in der Analyse 444
Rusinova, K. D., siehe Bojcova, V. F.
Rutschmann, T., Bestimmung von Methadon und Pethidin 76
Ryan, D. E., 2-Mercapto-4,5-dimethylthiazol zur Palladiumbestimmung 66. — Colorimetrische Bestimmung von Vanadium mit Benzoylphenylhydroxylamin, besonders in Stählen und Erzen 140
Rynasiewicz, J., R. F. Dufour und D. P. Stricos, Titration von Uran-235 enthaltenden Lösungen 48

Sabol, W. W., siehe Reed, L. L.
Sacharov, A. A., Bestimmung von Selen in Erzen und Gesteinen 67
Sahota, S. S., siehe Singh, B.
Saito, K., S. Ikeda und M. Saito, Trennung von Spuren radioaktiven Arsens von Germanium 217
Saito, M., siehe Saito, K
Sakaguchi, T., siehe Ishidate, M.
Salesin, E. D., und L. Gordon, Fällung von Nickel als Dimethylglyoximat aus homogener Lösung 222
Salgó, É., M. G. Simon, I. Sarudi und Gy. Középesy, Maßanalytische und gewichtsanalytische Bestimmung des Kobalts mit Dikaliumtetrarhodanomercurat(II) 107 [Or]
Saltykova, V. A., siehe Dianov-Klokov, V. I.
Salvatore, G., siehe Bresciani, F.
Šamaev, V. I., siehe Zvjagincev, O. E.
Sammul, O. R., siehe Hayden, A. L.
Sampedro-Piñeiro, A., siehe Asensi-Alvarez-Arenas, E.
Sánchez-Pedreño, C., siehe Sierra-Jiménez, F.
Sanecka, M., siehe Opieńska-Blauth, J.
Sanger, F., 1-Fluor-2,4-dinitrobenzol zur Untersuchung von Lysin 397
Sano, K., siehe Seki, T.
Sansoni, B., und R. Klement, Austauschertechnik 304
Santacana, F., siehe Margerum, D. W.
Saranča, E. T., und M. G. Dzubenko, Bestimmung von Kupfer, Zink und Chrom nebeneinander in Katalysatoren 373
Das Sarma, B., siehe Chowdhury, A. N.
Sen Sarma, R. N., Komplexometrische Mikrobestimmung von Kobalt mit ÄDTA 118
Šaršúnová, M., J. Tölgyessy und J. Majer, Bestimmung von Strychnin und Brucin in Tinctura und Extractum Strychni 389
Sarudi, I., siehe Salgó, É.
Sato, S., Bestimmung von O-Äthyl-O-p-nitro-phenylbenzolthiophosphonat 153
Schanze, H., siehe Lehmann, E.
Scharf, R., siehe Lassner, E.
Scharpenseel, H. W., Papierelektrophoretische und papierchromatographische Untersuchungen an Humussubstanzen 376
Scharpenseel, H. W., und K. H. Menke, Radiochromatographie mit schwachen β-Strahlern (^{35}S, ^{14}C, ^{3}H). II. Teil. Radiosäulenchromatographie mit Hilfe des Flüssigkeits-Scintillations-Spektrometers 1 [Or]
Schepartz, A. I., und P. E. McDowell, Retentionszeit von Formaldehyd bei der Gaschromatographie 231
Schlenk, H., und J. L. Gellerman, Bestimmung der Methylester von Fettsäuren 233
Schlenker, U., siehe Brodersen, K.
Schmid, E., und M. Seibold, Bestimmung von Magnesium in Serum, Vollblut, Erythrocyten und Harn 154
Schneer, A., T. Halmos und T. Székely, Über die Bestimmung des Borgehaltes von Disiliciumhexachlorid 178 [Or]
Schnurbusch, H., siehe Kaufmann, H. P.

Schöniger, W., Bestimmung von Schwefel durch Verbrennung in der geschlossenen Flasche 378
van Schouwenburg, J. C., Titration von Calcium mit Murexid als Indicator 43
Schulek, E., Richtungen in der pharmazeutischen Analyse 76. — Siehe auch Burger, K.
Schulek, E., und E. Pungor, Bestimmung von Sauerstoff in der Luft 274
Schultz, O. E., Analytische und präparative Methoden der Pflanzenchemie 298
Schwarz, G., siehe Spauszus, S.
Schweitzer, G. K., und E. T. Bramlitt, Extraktion von Silber als Oxinatkomplex 448
Schwerdtner, H., Bestimmung von oberflächenaktiven Substanzen 147
Schwerz, H. E., siehe Sharefkin, J. G.
Scott, F. A., und R. M. Peekema, Bestimmung von Plutonium in Uran-Brennstofflösungen 281. — Siehe auch Stromatt, R. W.
Sedina, L. I., siehe Lukjanov, V. F.
Seibold, M., siehe Schmid, E.
Seils jr., C. A., siehe Larsen, R. P.
Seki, T., Chromatographische Trennung von niederen Fettsäuren 232. — Trennung von Phenolderivaten 235
Seki, T., K. Inamori und K. Sano, Trennung von Phenolderivaten 235
Sen, B., siehe Mallik, K. L.
Sendulskaja, T. I., siehe Bronštejn, A. N
Serdjuk, L. S., und G. P. Fedorova, Bestimmung von Yttrium mit Stilbazo 46
Serrano, C., siehe Montequi, R.
Seto, J., Rotationsdispersion von 17 Aminosäuren 393
Shapiro, B., siehe Long, C.
Sharefkin, J. G., und H. E. Schwerz, Qualitativer Nachweis von Jod in anorganischen und organischen Verbindungen 225
Sharefkin, J. G., und T. Sulzberg, Nachweis olefinischer Bindungen 226
Sheid, B., siehe Natelson, S.
Sheldon, M. V., siehe Guerrin, G.
Sherwood, R. M., und F. W. Chapman jr., Bestimmung von Octylphenoxyäthanolverbindungen in Benzinen 293
Shiio, H., siehe Kodama, K.
Siekierski, S., und I. Fidelis, Trennung der Seltenen Erden der ersten „Halbperiode" 46
Sierp, F., Amerikanische Rückschau auf die Abwasserliteratur des Jahres 1956 125 [L]. — Siehe auch Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Sierra-Jiménez, F., und C. Sánchez-Pedreño, Bestimmung von Zink und Kupfer mit Dinatriumbariumäthylendiamintetraacetat 450
Simmonds, R. A., Konservierung kleiner Blutproben mit Kieselgurtabletten und Bestimmung von Cholinesterase, „alkalischer Phosphatase" und Harnstoff 320
Simon, M. G., siehe Salgó, É.
Simon, W., Übersicht über die Anwendungsmöglichkeiten der Gas-Flüssigkeits-Chromatographie 199
Singer, L., und W. D. Armstrong Abtrennung von Fluorid 62
Singh, B., S. S. Sahota und A. S. Narang, Complexometric Estimation of Copper 241 [Or]
Singh, B., S. S. Sahota und R. P. Singh, Volumetrische Bestimmung organischer Hydrazinderivate 230
Singh, R. P., siehe Singh, B.
Singhal, S. P., siehe Jain, B. D.
Sinsheimer, J. E., siehe Demetrius jr., J. C.
Sissing, J., siehe van Os, F. H. L.
Skelton, L. B., siehe Belcher, C. B.
Skinner, J. M., siehe Wilson, H. V.
Skrentny, B. A., siehe Tourtellotte, W. W.
Slee, L. J., siehe Webster, R. K.
van Slyke, D. D., siehe Foss, O. P.
Smales, A. A., siehe Loveridge, B. A., sowie Webster, R. K.
Smith, D. L., D. R. Jamieson und P. J. Elving, Titration von Kalium mit Tetraphenyloborat 41
Smith, E. A., siehe Crane jr., F. E.
Smith, G. F., siehe Diehl, H.
Smith, J. B., siehe Rehm, C. R.
Smith, J. D., siehe Dulbecco, R.
Smith, P., siehe Ratcliffe, J.
Smith, T. E., siehe Weissbach, H.
Snyder, R. E., siehe Matthews, J. S.
Sočevanov, V. G., siehe Ljubimova, L. N.
Somogyi, M., Bestimmung von Amylase 319
Soriano, J. C., und E. Jungreis, Nachweis von Gold(III) mit N,N'-Di-2-naphthyl-p-phenylendiamin 42
de Sousa, A., Komplexometrische Bestimmung von Kalium 41. — Chelatometrische Titration von Ba-

rium neben Calcium und Strontium in Mineralen 287. — Bestimmung von Jodiden neben Bromiden 63
Spackman, D. H., W. H. Stein und S. Moore, Gerät zur Trennung von Aminosäuren 395
Spacu, P., und E. Antonescu, Bestimmung von Phenergan 384
Spauszus, S., C. Schwarz und H.-J. Weigel, Die gravimetrische Phosphorbestimmung in wolframhaltigen Stählen 184 [Or]
Speight, G. E., siehe Cook, R. M.
Spencer, B., Bestimmung von Sulfat in biologischem Material 155
Špěvák, A., siehe Večeřa, M.
Špirt, M. Ja., siehe Bronštejn, A. N.
Spivakovskaya, N. E., siehe Vdovenko, M. E.
Spolter, L., und W. Marx, Papierchromatographie von Heparin und verwandten schwefelhaltigen Mucopolysacchariden 399
Srivastava, J. P., siehe Deshmukh, G. S.
Stachel, H.-D., siehe Elden, F.
Stähle, H., Nachweis von Wismut mit dem Dinatriumsalz von 1,3-bis-[8′-Mercaptotheophyllinyl-(7′)]-propan 55
Stahl, E., und L. Trennheuser, Trennung von Terpen- und Hydrophenylpropankörpern in ätherischen Ölen 306
Stahmann, M. A., I. Wolff und K. P. Link, Darstellung von 4-Hydroxycumarin 49
Staib, W., und W. Teller, Bestimmung der reduzierenden Corticosteroide im Harn 315
Stambaugh, R. L., und D. W. Wilson, Chromatographie von Nucleosiden, Pyrimidinen und Purinen an Aktivkohle 318
Stander, C. M., Flammenphotometrische Bestimmung von Vanadium 55
Stanford, N., P. F. Wyatt und F. G. Kershaw, Abtrennung von Arsen durch Destillation 217
Stanley, T. W., Nachweis von mehrkernigen Diarylketonen in der Luft 128
Staples, D. A., siehe Long, C.
Staples, P. J., Photometrische Bestimmung von Azidionen 217
Stefanescu, I., siehe Stefanescu, P.
Stefanescu, P., und I. Stefanescu, Gravimetrische Bestimmung von Blei 455
Stein, H. H., und J. Guarnaccio, Bestimmung von Sulfhydryl-Gruppen in reduziertem Keratin aus Haaren 397
Stein, W. H., siehe Moore, S., sowie Spackman, D. H.
Stepanova, N. I., siehe Bojcova, V. F.
Stephens, R. L., und A. P. Teszler, Bestimmung niedrigsiedender Carbonylverbindungen 230
Sterescu, M., und V. Pelloni, Bestimmung von Frangula-Oxymethylanthrachinonen neben Phenolphthalein in flüssigen pharmazeutischen Präparaten 305. — Siehe auch Popa, M.
Stevenson, T. D., B. L. McDonald und S. Roston, Colorimetrische Bestimmung von Glutathion in Erythrocyten 159
Stoner, R. E., und W. Dasler, Bestimmung kleiner Kupfermengen 448
Stonhill, L. G., Thermischer Zerfall von Uranylcarbonat und 4-Natriumuranylcarbonaten 454
Storck, J., siehe Lembrez, Y.
Stotz, E., siehe Marinetti, G. V.
Stracke, G., siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Strelow, F. W. E., Verteilungsskala eines Kationenaustauschers 439
Strickland, E. H., und A. A. Benson, Nachweis von Phosphatiden in Säugetierzellen 314
Stricks, W., siehe Kolthoff, I. M.
Stricos, D. P., siehe Rynasiewicz, J.
Stromatt, R. W., und F. A. Scott, Bestimmung von Neptunium 215
Subbanna, V. V., und A. K. Bhattacharya, Fällungsreagentien für Zirkonium 216
Subbotin, V. I., siehe Kirillov, P. L.
Sud, R. K., siehe Kaufmann, H. P.
Šula, J., siehe Pavlů, J.
Šulcek, Z., siehe Povondra, P.
Sulzberg, T., siehe Sharefkin, J. G.
Suprun, P. P., Extraktion von Morphin 387
Surre, M., siehe Navellier, P.
Suszka, A., siehe Kurzawa, Z.
Suzuki, M., und T. Takeuchi, Bestimmung von Bor in Uranproben 135
Švarc, D. M., Analyse von hochreinem Nickel für die Halbleiterindustrie 145
Svehla, G., siehe Erdey, L.
Svendsen, A. B., Trennung und Reinigung von Morphin aus Opium 308

Svensson, I., siehe Björk, W.
Szabadváry, F., J. Takács und L. Erdey, Untersuchung und analytische Anwendung der p-Hydroxy-m-nitrophenylarsonsäure 88 [Or]
Székely, T., siehe Schneer, A.
Szekeres, L., siehe Bakács-Polgár, E.
Szwaj, M., und M. Kański, Trennung von Aminosäuren von ihren Kupferkomplexen 158

Tabachnik, M., siehe Eisen, H. N.
Taguchi, K., siehe Ishidate, M.
Takács, J., siehe Szabadváry, F.
Takahashi, A., Titration von Kupfer mit Hexacyanoferrat(II) 221. — Coulometrische Bestimmung von Halogenionen mit Silberionen 220
Takahashi, T., und S. Miyake, Bestimmung der wasserlöslichen Kieselsäure 51
Takesue, E. I., G. Tonelli, L. Alfano und D. A. Buyske, Nachweis von Tritium-markiertem Tetracyclin in Serum und Plasma von Versuchstieren 310
Takeuchi, T., siehe Suzuki, M., sowie Yoshimori, T., und Yoshimori, Z.
Talley, E. A., und W. L. Porter, Isolierung von Aminosäuren an Ionenaustauschern 393
Tanaka, K., Extraktionsverhalten von Arsen(III)-halogeniden im System Wasser-Benzol 55. — Bestimmung von Arsen in Gußeisen und Kohlenstoffstählen 140
Teichner, S. J., siehe Courtois, M.
Teller, W., siehe Staib, W.
Tentori, L., siehe Cavallini, D.
Terlain, B., siehe Lembrez, Y.
Teszler, A. P., siehe Stephens, R. L.
Tewari, S. N., Paper Chromatographic Detection of Nitrites in Medico-Legal Cases 37 [Or]
Thomas, A. M., siehe Loveridge, B. A.
Thomas, D. B., siehe Cullum, D. C.
Thomas, J., und W. A. Baker, Nachweis von S-Alkyl-N-phenylthiuronium-Salzen der Pikrin-, Styphnin- und Pikrolon-Säure 78
Thon, D., siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Thon, D., und A. Beling, siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Thornburg, W., siehe Werum, L. N.
Tichý, M., siehe Berka, A.
Tipcova, V. G., siehe Busev, A. I.
Tjurin, Ju. M., siehe Turjan, A. I.
Tölg, G., siehe Geilmann, W.
Tölgyessy, J., siehe Šaršúnová, M.
Tonelli, G., siehe Takesue, E. I.
Tourtellotte, W. W., F. M. Parker und R. N. De Yong, Bestimmung der Gesamtphosphatide in Cerebrospinalflüssigkeit 160
Tourtellotte, W. W., A. J. Vander, B. A. Skrentny und R. N. DeYong, Bestimmung von Phosphor in Cerebrospinalflüssigkeit 160
Traenckner, K.-C., siehe Luther, H.
Traisnel, M., und P. Balatre, Papierelektrophoretische Trennung von Hexan-Hexolen und Inosit-Oxydationsprodukten 236
Traiter, M., Bestimmung kleiner Gehalte an Oxalsäure in dem Lacton der Glucoheptonsäure 383
Trennheuser, L., siehe Stahl, E.
Trent, F. M., siehe Bartsch, R. C.
Tripathi, K. K., siehe Banerjea, D. K.
Trnka, J., Bestimmung von Barium- und Strontiumspuren in NaCl- und KCl-Kristallen 292
Tron, F., siehe Naumann, R. V.
Tufts, B. J., Bestimmung von Staubteilchen von Fluoriden und komplexen Fluoriden in der Luft 367
Tukamoto, T.-T., Wirksamkeit von Antioxydantien 296
Tumanova, T. A., siehe Flis, I. E.
Turčin, N. M., siehe Kirillov, P. L.
Turjan, A. I., Ju. M. Tjurin, P. M. Zajcev und E. A. Karavaeva, Bestimmung von Nitrocyclohexan, einem Zwischenprodukt der Caprolactamproduktion 295
Turner, R. B., siehe Benson, R. H.
Turnley, W. S., Röntgenfluorescenzspektrometrische Methode zur Plutoniumbestimmung 49
Turowska, M., siehe Michalski, E.
Turpin, A., siehe Raynaud, M.
Twierdochlebow, N., siehe Grabowicz, W.
Tyler, W. P., siehe Beesing, D. W.

Udalov, Ju. F., und N. A. Čelnokova, Bestimmung von Vitamin B_1 im Harn 316
Udenfriend, S., siehe Weissbach, H.
Uhlich, U., und G. Kresze, Anwendung der Hammett-Gleichung als mögliche Hilfe bei der Festlegung einer NO_2-Deformationsfrequenz in aromatischen Nitroverbindungen 81 [Or]

Umezawa, H., und R. Hara, Radiochemische Trennung von Zirkonium-95 und Niob-95 53
Urey, H. C., siehe Edwards, G.
Uruno, S., siehe Ichikawa, F.
Uvarova, E. I., und N. M. Vanjarkina, Bestimmung von Bleitetraäthyl in äthylierten Benzinen 380

Vaillancourt, G., siehe van Klaveren, F. W.
Vajsberg, K. M., und V. G. Zizin, Spektrographische Bestimmung von Vanadium und Nickel in Erdölprodukten 379
Valette, G., und C. Massé, Bestimmung von Hyaluronidase am Tier 400
Val'ter, A. K., und M. L. Gol'din, Bestimmung der Feuchtigkeit in Schüttgütern 289
Vander, A. J., siehe Tourtellotte, W. W.
Vanjarkina, N. M., siehe Uvarova, E. I.
Vastagh, G., siehe Kovách, A.
Vasudeva Murthy, A. R., siehe Rao, G. Prabhakar
Vdovenko, M. E., und N. E. Spivakovskaya, Bestimmung von Chrom im Stahl 220
Veale, C. R., und R. G. Wood, Photometrische Bestimmung von Bleispuren in Tellursäure 74
Večeřa, M., J. Gasparič und A. Spěvák, Chromatographische Trennung von Äthern 229. — Siehe auch Borecký, J., sowie Jureček, M.
Vecsernyés, L., Spektrochemische Bestimmung von 18 Spurenelementen in Silicium 429 [Or]
Veening, H., und W. W. Brandt, Fluorimetrische Bestimmung von Ruthenium neben Osmium 222
Velenovsky, J. J., Colorimetrische Bestimmung von Piperonylbutoxid in technischen Proben und Piperonylbutoxid-Pyrethrum-Musterproben 384
Venj-cin Čžan, siehe Palej, P. N.
Vernon, L. P., Bestimmung von Chlorophyll sowie Phäophytin in Pflanzenextrakten 148
Veselago, L. I., Bestimmung von Eisen und Titan nebeneinander in Erzen und Schlacken 71
Vestergaard, P., Prinzip, Bau und Arbeitsweise eines Fraktionssammlers in der Säulenchromatographie 199
Vetejška, K., und J. Mazáček, Trennung des Berylliums von Aluminium [und Eisen(III)] 43
Vierordt, Spektralphotometrische Analyse von 2-Komponentengemischen 436
Vigneron, M., Titration von Aminosäuren oder NH_2-Gruppen in Peptiden und Proteinen 157
Vink, C. L. J., und A. A. Kroes, Mikroanalytische Untersuchung von venösem und Capillar-Blut 311
Vlasova, E. G., siehe Krešков, A. P.
Vogel, J., D. Monnier und W. Haerdi, Mikrokobaltbestimmung in Roheisen und Stahl für Atomreaktoren 142. — Siehe auch Haerdi, W., sowie Monner, D.
Volkova, A. M., siehe Bulgakova, A. M.
Volodarskaja, R. S., Komplexometrische Bestimmung von Thorium und Zirkonium in Magnesiumlegierungen 133
Vorstenburg, F., und A. W. Löffler, Zeitmessung bei coulometrischen Analysen 204
Vrchlabský, M., siehe Okáč, A.

Wachter, L. E., siehe Miller, W. L.
Wadier, C., siehe Duval, C.
Wagenknecht, R., siehe Hahn, H.
Waggoner, W. H., und M. E. Chambers, UV-Spektren von Sulfaten, Chromaten und Nitraten 57
Wagner, H., siehe Hörhammer, L.
Wallis, C. P., Polarographische Bestimmung von Fluorid 62
Walsh, J. T., und C. Merritt jr., Qualitative Prüfung auf funktionelle Gruppen zur Identifizierung unbekannter Komponenten bei gaschromatographischen Trennungen 202
Watanabe, S., Bestimmung von Seltenen Erden in Eisen und Stahl 139
Waterbury, G. R., und C. F. Metz, Photometrische Analyse von Legierungsbestandteilen und Spaltprodukten in nichtbestrahlten Plutoniumlegierungen 281. — Siehe auch Hakkila, E. A.
Waterman, H. I., Correlation Between Physical Constants and Chemical Structure 127 [L]
Watts, H. L., Schnellbestimmung von Calcium als Oxalat neben Aluminium, Eisen und anderen Verunreinigungen 44
Weatherell, J. A., Komplexometrische Bestimmung von Calcium in Trichloressigsäureextrakten aus Knochen, Zahnbein und Zahnschmelz 390

Webster, R. K., D. F. Dance, J. W. Morgan, E. R. Preece, L. J. Slee und A. A. Smales, Bestimmung von Uran-235 mit Uran-233 als Tracer 48. — Siehe auch Loveridge, B. A.
Wehber, P., 4-(2-Pyridylazo)-resorcinmononatrium als Indicator 299
Weidmann, S. M., und H. J. Rogers, Bestimmung von Calcium 391
Weigel, H.-J., siehe Spauszus, S.
Weiner, R., Die galvanische Verchromung. Leitfaden für die moderne Glanz- und Hartverchromung 366 [L]
Weisgerber, P., siehe Fachgruppe Wasserchemie in der GdCh.: Vom Wasser 126 [L]
Weiss, F., siehe Rösler, C.
Weissbach, H., T. E. Smith, J. W. Daly, B. Witkop und S. Udenfriend, Bestimmung von Monoaminoxydase 400
Weisz, H., Ringofenanalyse 379, 442
Weisz, H., und P. W. West, Ausführung von Tüpfelproben, die zu löslichen gefärbten Reaktionsprodukten führen 442
Wenger, P. E., siehe Haerdi, W., sowie Monnier, D.
Werum, L. N., H. T. Gordon und W. Thornburg, Papierionophorese in Lösungen organischer Puffersubstanzen hoher Ionenstärke 204
West, A. C., und W. D. Cooke, Verwendung von Äthylendinitrilotetraessigsäure zur Beseitigung der Störungen durch Sulfat- und Phosphationen bei der flammenphotometrischen Bestimmung verschiedener Elemente 198
West, P. W., und G. C. Gaeke, Bestimmung von Schwefeldioxid 57
West, P. W., und G. L. Lyles, Bestimmung kleiner Mengen Nitrat in Luft und Wasser 366. — Siehe auch Naumann, R. V., sowie Weisz, H.
West, T. S., siehe Belcher, R., sowie Close, R. A.
de Wet, W. J., und V. Pretorius, Abnahme der Trennwirksamkeit einer gaschromatographischen Säule mit steigender Probenmenge 199
Weyers, J., Photometrische Bestimmung von Quecksilber 452
White, G., siehe Kidman, L.
White, J. C., siehe Young, J. P.
White, S. C., siehe Manning, D. L.
Whitnah, C. H., siehe Bassette, R.
Wieczffiński, K., und R. Rudnicki, Identifizierung der bei der Pyrolyse von Natriumhypophosphit in Abwesenheit von Sauerstoff entstehenden Produkte 217
Wigren, N., siehe Nylen, P.
Wilkins, D. H., Calceinblau als Fluorescenzindicator 445
Wilkinson, H. C., Boyes, W. B.
Williams, D. I., siehe Balchin, L. A.
Williams, D. J., und J. W. Price, Papierchromatographisches Verhalten von Alkyl- und Arylzinn(IV)-verbindungen 461
Willis, J. B., Bestimmung von Natrium und Kalium im Serum 153
Willis, V., Nachweis anorganischer Gase mit dem Ionisationsdetektor 201
Wilson, D. W., siehe Stambaugh, R. L.
Wilson, H. V., und J. M. Skinner, Photometrische Bestimmung von Kieselsäure 216
Winzler, R. J., Bestimmung von Serummucoid 398
Wirth, C. M. F., Colorimetrische Bestimmung von Phenacetin in Tabletten in Gegenwart von Coffein oder Acetylsalicylsäure 386
Wise, E. N., und E. J. Cokal, Coulometrische Bestimmung von Europium und Ytterbium 213
Witkop, B., siehe Weissbach, H.
Witmer, F. J., und J. H. Austin, Mikrobestimmung von Schwefelsäureestern in Sulfatidfraktionen 315
Wojahn, H., und E. Boll, Reinheitsprüfung auf Calciumionen in Arzneibuchpräparaten 381. — Prüfung pharmazeutischer Präparate auf Sulfationen 382
Wolff, H., Bestimmung von Magnesium und Calcium im Urin mit ÄDTA 154
Wolff, I., siehe Stahmann, M. A.
Wood, R. G., siehe Veale, C. R.
Wroński, M., Indirekte mercurimetrische Bestimmungen 442. — Bestimmung von Sulfid (Schwefelwasserstoff) und Cyanid in Gasen, in der Luft oder in industriellen Abwässern 368
Wu, M.-L., siehe Lowry, O. H.
Wyatt, P. F., siehe Stanford, N.
Wyatt, R., siehe Drotschmann, C.

Yanagihara, T., N. Matano und A. Kawase, Bestimmung von Kupfer und Zink in hochreinem Chrom 138
Yasuda, S. K., und R. N. Rogers, Bestimmung von Hexahydro-1,3,5-trinitro-s-triazin in Octahydro-1,3,5,7-tetranitro-s-tetrazin 238

Yoe, J. H., und A. R. Armstrong, Bestimmung von Titan mit Tiron 53. — Siehe auch Owens II, E. G.
de Yong, R. N., siehe Tourtellotte, W. W.
Yoshida, H., siehe Motojima, K.
Yoshida, M., siehe Iwasaki, I.
Yoshimori, T., und T. Takeuchi, Bestimmung von Molybdänspuren in Uran und Uranoxid 281
Yoshimori, Z., T. Kawase und T. Takeuchi, Bestimmung von Vanadiumspuren in metallischem Uran durch coulometrische Titration 135
Young, H. Y., Bestimmung von 1-Chloro-2-nitrobenzol in Ananasfrüchten 120
Young, J. P., J. C. White und R. G. Ball, Spektrophotometrische Bestimmung kleiner Mengen Yttrium 453
Zahn, C., siehe Langer, S. H.
Zajcev, P. M., siehe Turjan, A. I.
Zannier, H., siehe Rüdorff, W.
Zarnack, J., und S. Pfeifer, Photometrische Mikrobestimmung von Brucin 310
Zickgraf, H., siehe Knauff, H. G.
Ziegler, M., Bestimmung von Kupfer als Aminoessigsäurekomplex 211. — Extraktiv-photometrische Trennverfahren für Gold. I. Die Extraktion von Gold als Polyäthylenglykolgoldchlorid 166 [Or]
Žigačeva, L. P., siehe Dackevič, A. A.
Zizin, V. G., siehe Vajsberg, K. M.
Żmijewska, W., siehe Minczewski, J.
Zvjagincev, O. E., und V. I. Šamaev, Bestimmung verschiedener Elemente in Reinstselen 138
Zýka, J., siehe Berka, A.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.

Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Absorptionskante, analytische Anwendung bei Bestrahlung mit Röntgenstrahlen 198
Abwasser, radiochemische Analyse des Reaktorabwassers von Hanford 275; Bestimmung von Schwefelwasserstoff und Cyanid in industriellen Abwässern 368; organischer Substanzen in Industrieabwässern 220; von Phenolen und phenolischen Verbindungen in sulfidhaltigen Abwässern 130; Amerikanische Rückschau auf die Literatur von 1956 (Sierp) 125 [L]
Acetonitril, Abtrennung 232
Acetonsemicarbazon, Bestimmung 230
Acetophenetidin, Bestimmung 78; Analyse in Mischungen 303
2-Acetylamino-1,3,4-thiadiazol-5-sulfonamid, Nachweis 383
Acetylcholin, Untersuchung mit Kalignost 444
Acetylgruppen, Bestimmung bei der Strukturaufklärung organischer Verbindungen 460
3-Acetyl-4-hydroxycumarin, zur Bestimmung und Abtrennung von Uran und Thorium 48
Acetylsalicylsäure, Analyse in Mischungen 303; Bestimmung von Phenacetin neben Acetylsalicylsäure in Tabletten 386
Acrylnitril, Abtrennung 232
Actinomycin, polarographische Untersuchung 440
Additive, Bestimmung in Schmieröl 293
Adenin, Abtrennung 318
Adenosin, Abtrennung 318
Adenosin-5′-phosphat, Abtrennung 318
Adrenalin, Bestimmung als Reinsubstanz 399
ÄDTA, zur Bestimmung von Kationen 208; von Kobalt 118; (Äthylendiamintetraacetatdinatriumbariumsalz), als Reagens auf Zink und Kupfer 450
ÄDTE, (Äthylendiamintetraessigsäure), Nachweis und Bestimmung 156; zur Bestimmung von Thorium 205; zur Beseitigung von Störungen durch Sulfat- und Phosphationen 198
Äthanol, Bestimmung 227
Äther, Identifizierung aliphatischer Äther 228
Ätherische Öle, Bestimmung von freien und veresterten Alkoholen 300; Trennung der Terpen- und Hydrophenylpropanstoffe 306
Äthinyltestosteron, Bestimmung 78
Äthylbenzoate, Massenspektren 237
Äthylchlorovynol, Bestimmung 240
Äthylcinnamate, Massenspektren 237

Äthylendiamin, gaschromatographische Abtrennung aus Mischungen mit Piperazin 428
Äthylendiamintetraessigsäure, siehe ÄDTE
Äthylenglykol, Bestimmung von Chloridionen 152
Äthylenoxidkondensate, Bestimmung von Polyäthylenglykolen 152
Äthylenthioharnstoff, zur Charakterisierung von Alkylhalogeniden 231
Äthylgallat, Wirksamkeit 296
O-Äthyl-O-p-nitrophenylbenzol-thiophosphonat, Bestimmung 153
Äthylphthalate, Massenspektren 237
Äthylquecksilberbromid, R_f-Wert 422
Äthylsalicylate, Massenspektren 237
Ätznatron, Bestimmung von Quecksilber 146
Aktivkohle, Säulenmaterial zur Bestimmung von Xenon und Krypton 40; zur Trennung von Krypton, Stickstoff und Methan 202
Alanin, Aktivität 4; Bestimmung im Blutserum 395
Aldehyde, polarographische Untersuchung 440; Bestimmung von C_8-Aldehyden 232
Aldolase, Bestimmung der Carboxylendgruppen mit Carboxypeptidase in Sauerstoff-18-Wasser 319
Aliphatische Kohlenwasserstoffe, Bestimmung in Benzol und Toluol 201
Alizarin S, Reaktion mit Germanium 455
Alkaliionen, Farbreaktion 40; Bestimmung mit Chloranilsäure nach papierchromatographischer Trennung 203
Alkaloide, Analyse 78; Bestimmung in Tabakblättern 307
Alkaloidsalze, Titration der Säurekomponenten 302
Alkohol, Bestimmung in Luft 240; im Blut 200, 240
Alkohole, Identifizierung niedermolekularer aliphatischer Alkohole 227; Bestimmung als Kohlenwasserstoffe 200; als Olefine 200; als Ester der salpetrigen Säure 200; papierchromatographische Entwicklung als Xanthogenate 228; Bestimmung der Säurezahl emulgierender Alkohole 76; Bestimmung von freien und veresterten Alkoholen in ätherischen Ölen 300
Alkohol-Wasser-Gemische, Bestimmung von Kupfer 119
Alkylbrenzcatechin, Bestimmung in Phenolöl 149
Alkylhalogenide, Charakterisierung 231
Alkylphenole, Abtrennung 235
S-Alkyl-N-phenylthiuronium-Salze der Pikrin-, Styphnin- und Pikrolon-Säure, Bestimmung 78
Alkylzinn(IV)-verbindungen, papierchromatographisches Verhalten 461
Allo-Inosit, R_f-Wert 237
Aloeemodin, Identifizierung 304
Aluminium, Wirksamkeit des Zonenschmelzens auf die Reinigung 279; Bestimmung 445; Abtrennung von Beryllium 43; Bestimmung neben Beryllium und Chrom 453; Bestimmung in Magnesiumlegierungen 278; in Silicium 433; in Zirkoniumlegierungen 137; in Sonderwerkstoffen z. B. Magnetlegierungen 144; in Titantetrachlorid 290; in Titanweiß 291; in Arzneipräparaten 299; Einfluß auf die flammenphotometrische Calciumbestimmung in Gegenwart von Protein 198; auf die Zirkoniumbestimmung 199; auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Cu und Fe in hochreinem Aluminium 134; von Calcium neben Aluminium 44
Aluminiumchlorid, Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12
Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Silicium 349; von Chrom 142
Aluminiumoxid-Silicagel-Mischkatalysatoren, Bestimmung der Oberflächengröße 374
Aluminiumoxinat, zur Bestimmung kleiner Mengen Fluor 61
Ameisensäure, Nachweis 462
Ameisensäuremethode, zur Analyse von Pflanzen 119; zur Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 293
Americium, Bestimmung in neutronenbestrahltem Plutonium mit Hilfe der α-Aktivität 50
Amerikanische Rückschau auf die Abwasserliteratur des Jahres 1956 (Sierp) 125 [L]
Amine, stabilisierte Diazosalze als Sprühreagentien 235; Identifizierung primärer aromatischer Amine nach Überführung in Arylazo-β-naphthole 236; Nachweis im Harn 156
4-Aminoantipyrin, zur Bestimmung von Phenolen und phenolischen Verbindungen in Abwässern 130
α-Aminobuttersäure, Bestimmung im Blutserum 395
4-Amino-6-chlor-m-benzoldisulfonamid, Bestimmung 77
Aminoessigsäure, zur Bestimmung von Kupfer 211

Aminogruppen, Titration in Peptiden und Proteinen 157
ε-Aminogruppen, Bestimmung im Lysin 397
Aminophenazon, Untersuchung mit Kalignost 444
N-2-Aminophenylmorpholin, zur Bestimmung von Nitrit 456
N-2-Aminophenylpiperidin, zur Bestimmung von Nitrit 456
Aminopyrin, Untersuchung mit Kalignost 444
Aminosäuren, Rotationsdispersion von 17 Aminosäuren 393; Empfindlichkeit des Fluorescenztestes 157; Aktivitätskurven von ^{14}C-Aminosäuren aus einer hydrolysierten Strohprobe 3; Verteilung von mit Trithium markierten Aminosäuren 6; Identifizierung auf Papierchromatogrammen 157; Bestimmung 78; vollautomatische quantitative Bestimmung 157; papierchromatographische Trennung 394; präparative Isolierung mit Ionenaustauschern 393; ionophoretische Trennung 204; papierelektrophoretische Trennung von ihren Kupferkomplexen 158; Bestimmung von Plasma-Aminosäuren bei gesunden Versuchspersonen 394; Bestimmung in Peptiden 394; in Peptiden und Proteinen 157; im Blutserum 395
4-Aminosalicylsäure, Fällungsreagens für Zirkonium 216
Ammelin, derivative Potentiometrie 296
Ammonium, Bestimmung als Tetraphenyloborat 54
Ammoniumnitratocerat, zur Oxydation von Kaliumjodid 359
Ammoniumsulfat, Bestimmung von Selen in Abfallammoniumsulfat 117
Amperometrische Titrationen, mit Hilfe von Seleniten 324
Amphetamin, Nachweis 76; spektralphotometrische Bestimmung 80
Amylase, Bestimmung 319
Analyse, ultramikroanalytische Arbeitsverfahren 15, 19, 84; Anwendung physikalischer Methoden 197; Zeitmessung bei coulometrischen Analysen 204; unbewegliche Quecksilberelektrode für mikroanalytische Bestimmungen 210; Anwendungen von Tetraphenyloborat 444; von Diphenylcarbazon als Reagens 444; L-Ascorbinsäure als Reduktionsmittel 446; Richtungen in der pharmazeutischen Analyse 76; Meßfehler 443; Kurze Anleitung zur Maßanalyse mit besonderer Berücksichtigung der Vorschriften des DAB 6 und des Erg. B. 6. (Medicus-Poethke) 75 [L]
Ananasfrüchte, Bestimmung von 1-Chloro-2-nitrobenzol 120
Anleitung zur Maßanalyse mit besonderer Berücksichtigung der Vorschriften des DAB 6 und des Erg. B. 6. (Medicus-Poethke) 75 [L]
Anorganische Chemie, Lehrbuch (Hollemann-Wiberg) 39 [L]
Anorganische Verbindungen, Nachweis von Jod 225
Anthracen, gaschromatographische Abtrennung 202; Bestimmung in Petroleumwachsen 294
Anthrachinon, gaschromatographische Abtrennung 202
Anthrachinone, Identifizierung glykosidisch gebundener Anthrachinone im Rhabarber 304; Auftrennung im Rhabarber 304; Bestimmung in Rheum palmatum L. 304
Anthracose, Bestimmung von 3,4-Benzpyren in Lungen 314
Anthranol, Bestimmung 305
Antibiotica, Untersuchung mit Kalignost 444
Antihistamine, Analyse in Mischungen 303
Antimon, Bestimmung im Silicium 433; in binären Bleilegierungen 369; in hochreinem Nickel 146; in Titanweiß 290; in organischen Verbindungen, besonders Arzneimitteln 382; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12; auf die Kobaltbestimmung 266
Antimon-122/124, Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277
Antimon(III), indirekte Bestimmung 207; Titration mit Hypobromitlösung 218
Antimonelektrode, für oxydimetrische potentiometrische Titration 362
Antioxydantien, Wirksamkeit 296; polarographische Untersuchung 440
Antipyrin, Bestimmung in Gewebe und biologischem Material 317
Apiezon L., stationäre Phase bei der gaschromatographischen Trennung von Pyridinderivaten 202
Apothekenlaboratorium, physikalisch-chemische Untersuchungsmethoden 299

Arbeitsmethodik, für Ultramikroanalyse 15
Arginin, Bestimmung 158; im Blutserum 395
Argon, Trennung und Bestimmung in Gasgemischen 129; Bestimmung kleiner Stickstoffmengen 367
Aromaten, Abtrennung 237
Aromatische Nitroverbindungen, Festlegung der NO_2-Deformationsfrequenz mit Hilfe der Hammett-Gleichung 81
Aromatische Verbindungen, Trennungen an Tetrahalogenphthalsäureestern 438
Arsen, Bestimmung 343; Trennung von Radioarsen von Germanium und Germaniumoxid 217; Bestimmung in Metallen und Erzen wie Ferrolegierungen 139; in Silicium 433; in Gußeisen und Kohlenstoffstählen 140; in hochreinem Nickel 146; in organischen Verbindungen, besonders Arzneimitteln 382; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266
Arsen-76, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275
Arsenazo I, zur Bestimmung von Plutonium(IV) 50
Arsen(III)-halogenide, Extraktionsverhalten im System Wasser-Benzol 55
Arterenol, Bestimmung als Reinsubstanz im Harn bzw. Serum 399
Arylazo-β-naphthole, bei der Identifizierung aromatischer Amine 236
Arylzinn(IV)-verbindungen, papierchromatographisches Verhalten 461
Arzneibuchpräparate, Bestimmung von Calcium 381
Arzneimittel, qualitative Analyse 76; Bestimmung von Arsen und Antimon 382; von Sulfat 382; Analyse auf Steroide, Alkaloide und Barbiturate 78
Arzneipräparate, Bestimmung von Aluminium 299
Ascorbinsäure, Wirksamkeit 296; Nachweis in Vitaminpräparaten 306
L-Ascorbinsäure, als Reduktionsmittel in der Analyse 446; zur Reduktion von Selen(IV) 58
Asparagin, Bestimmung 158, 395; Trennung von seinem Kupferkomplex 158
Asparaginsäure, Aktivität 3; Bestimmung 158; Trennung von ihrem Kupferkomplex 158; Bestimmung im Blutserum 395
Asphalte, Bestimmung von Säure- und Verseifungszahlen 152
Atomabsorptionsspektren, Verstärkung der Absorption durch Anhebung der Linienintensitäten in der Flamme 436
Atomreaktoren, Bestimmung von Kobalt in Stahl und Roheisen für Atomreaktoren 142
Atropinsulfat, Bestimmung 79; Untersuchung mit Kalignost 444
Azidionen, photometrische Bestimmung 217
Azofarbstoffe, Indicatoren bei der Calciumbestimmung neben Magnesium 44; bei der Bestimmung von Thorium mit Fluorid 213; als Reagentien zur spektralphotometrischen Bestimmung von Zirkonium 253
Azure C, zur photometrischen Bestimmung von Bor 45

Bärenklauwurzel, Nachweis in Bibernellwurzel 299
Barbiturate, Nachweis 384; Analyse 78; Identifizierung durch IR-Absorption 302; Analyse in Mischungen 303
Barbitursäurederivate, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 302
Barbitursäuren, Titration 302
Barium, zur hochfrequenztitrimetrischen Bestimmung von Sulfat 205; Nachweis 449; Bestimmung 209, 446; flammenphotometrische Bestimmung 449; Bestimmung mit Chloranilsäure 204; derivatographische Bestimmung neben Calcium und Strontium 329; Bestimmung in Silicium 433; in KCl- und NaCl-Kristallen 292; neben Calcium und Strontium in Mineralen 287; Bestimmung in Schmierölen 293; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Kupfer(II) und Eisen(III) neben Barium 243
Barium-140, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275
Bariumisotope, Bestimmung in der Luft 274
Bathophenanthrolin, zur Bestimmung von Eisen in Goldproben 131
Behältermaterial, Untersuchung von Tantal des Behältermaterials vom Plutoniumkernbrennstoff 283
Benzalazin, Bestimmung 230
Benzalsemicarbazon, Bestimmung 230
Benzamid, Bestimmung in Lösungen 464
Benzanilid, Bestimmung 78
Benzanthracen, Bestimmung in Petroleumwachsen 295

Benzin, Untersuchung bei Brandstiftungen 240; Bestimmung von Bleitetraäthyl in äthylierten Benzinen 380; von Benzol und Toluol 201; von Octylphenoxyäthanolverbindungen 293
Benzoesäure, Nachweis 462
Benzol, Bestimmung 240; gaschromatographische Bestimmung an Carbowax 400, 201; Bestimmung der Verunreinigungen 150; von aliphatischen Kohlenwasserstoffen 201
Benzolring, Bestimmung der Zahl und Stellung der Substituenten 149
Benzonitril, Bestimmung in Lösungen 464
4-Benzoylbiphenyl, Nachweis in der Luft 128
6-Benzoylchrysen, Nachweis in der Luft 128
2-Benzoylfluoren, Nachweis in der Luft 128
Benzoylhydrazin, Bestimmung 230
Benzoylphenylhydroxylamin, zur Bestimmung von Vanadium 140
N-Benzoyl-N-phenylhydroxylamin-Methode, zur Trennung von Nb, Ta, Ti und Zr 56
1-Benzoylpyren, Nachweis in der Luft 128
2-Benzoylthiophen, Nachweis in der Luft 128
Benzpyren, Bestimmung in Petroleumwachsen 294
3,4-Benzpyren, Bestimmung in biologischem Material 314
Benzylformiate, Massenspektren 237
Bernsteinsäure, thermische Beständigkeit 437
Beryllium, Mikrobestimmung 43; Bestimmung mit 2-Phenoxychinizarin-3,4′-disulfonsäure 43; Bestimmung neben Aluminium und Chrom 453; Abtrennung von Aluminium und Eisen(III) 43; Bestimmung in Zirkoniumlegierungen 137
Berylliumlegierungen, Bestimmung von Seltenen Erden 132
Berylliummetall, Bestimmung von Seltenen Erden 132
Berylliumoxid, Bestimmung von Seltenen Erden 132
Berylliumoxinat, Extrahierbarkeit 451
Bibernellwurzel, Nachweis der Bärenklauwurzel 299
Biologische Flüssigkeiten, flammenphotometrische Bestimmung von Natrium und Kalium 390; Bestimmung von Gold 390; von Eisen 156; von Glucose 398
Biologisches Material, Bestimmung von Strontium 370; von Cer 270; von Sulfat 155; von Fluor 275; Nachweis und Bestimmung von 3,4-Benzpyren 314; Trennung und Bestimmung von Coffein, Antipyrin und Phenacetin 317
Bitumina, Bestimmung von Säure- und Verseifungszahlen 152
Blei, Farbreagens auf Blei 52; Bestimmung 90, 446, 455; gravimetrische Bestimmung 455; Abtrennung von Polonium 58; Bestimmung in Elektrolytgold 131; im Silicium 433; in Wismut-Blei-Legierungen 138; in Stahl und Zink 139; in hochreinem Nickel 146; in Erzen 441; in Meteoriten und Gesteinen 67; von Spuren in Thalliumsalzen 73; von Spuren in Tellursäure 74; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12; auf die Kobaltbestimmung 266
Bleiglanz, Bestimmung von Silber 70
Bleilegierungen, Bestimmung von Antimon in binären Bleilegierungen 369
Bleinitrat, zur Bestimmung von Wolfram und Molybdän nebeneinander 60
Bleitetraäthyl, quantitative Bestimmung in Benzinen 380
Blei-Wismutlegierungen, Bestimmung von Bi und Pb 138
Blut, Untersuchung von Capillar- und venösem Blut 311; Bestimmung von Methämoglobin 399; der Prothrombinaktivität 320; von Sauerstoff 391; von Alkohol 200, 240; von Coffein, Antipyrin und Phenacetin 317; Nachweis und Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure 156
Blutproben, Konservierung mit Kieselgurtabletten 320
Blutserum, Bestimmung von β-Lipoproteinen 159; Bestimmung der freien und gebundenen Aminosäuren im Blutserum 395
Boden, Bestimmung von Phosphorsäure 74; der assimilierbaren Phosphorsäure 372; Bestimmung von Ni und Co 373
Bodenextrakte, Bestimmung von Natrium, Kalium, Calcium und Magnesium 372
Bodenhöhe, Berechnung der temperaturabhängigen theoretischen Bodenhöhen einer Kolonne 437
Bodenlösungen, Bestimmung der Natriumionenkonzentration 371

Bodenproben, Bestimmung von Nickel 146
Bor, photometrische Bestimmung 45; alkalimetrische Bestimmung kleiner Mengen durch Elektrolyse an der Quecksilberkathode 45; Bestimmung in verschiedenen Legierungen 285; in Uranproben 134, 135; in Silicium 433; in Disiliciumhexachlorid 178; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266
Borane, Bestimmung toxischer Borane in der Luft 273
Borsäure, zur massenspektrometrischen Bestimmung von Blei 67; Bestimmung mit Hilfe der optischen Drehung von Mannit 213
Bortrichlorid, Bestimmung in Mischungen 453
Brandstiftungen, Untersuchung von Benzin bei Brandstiftungen 240
Branntwein, Bestimmung von Kupfer 119
Brennstoffe, Bestimmung von C, H und S 378
Brenzcatechin, Bestimmung in Phenolöl 149
Brenzcatechingermaniumsäure, bei der Bestimmung von Germanium 115
Brom, Bestimmung in Halbleitersilicium 282; Bestimmung von Wasser 130
Bromaufnahme, von Phenolen, Phenolalkoholen und Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten 409
Bromchlorid, zur oxydativen Bestimmung von Hydroxylamin 455
Bromide, Bestimmung neben Jodiden 63
Bromphenolblauverfahren, zur Bestimmung von Reserpin 388
p-Bromphenylquecksilberbromid, R_f-Wert 422
Brucin, photometrische Mikrobestimmung 310; Bestimmung in Strychninpräparaten 389
Buschbohnenmehl, Bestimmung und Untersuchung 120; Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 293
tert.-Butylhydroxyanisole, Wirksamkeit 296
2,6-bis(tert.-Butyl)-p-kresol, Wirksamkeit 296
Butylphenole, Abtrennung 235
n-Butylquecksilberbromid, R_f-Wert 422

Cadmium, Mikronachweis 451; Bestimmung 91, 445; kleiner Mengen 45; chromatographische Mikrobestimmung 114; mit unbeweglicher Quecksilberelektrode 210; indirekte volumetrische Bestimmung 451; Trennung von Indium durch Ausnutzung des Ionenaustauschvermögens des Papiers 115; Bestimmung kleiner Gehalte in metallischem Zink 133; Bestimmung in hochreinem Nickel 146; in Uranylnitrat 72; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Palladium 137
Cadmium-115, Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277
Cadmiumacetat, thermische Beständigkeit 437
Cadmium-glyoxal-bis-(2-hydroxyanil)-Komplex, bei der Bestimmung von Cadmium 45
Cadmiumjodid-Stärke-Reagens, zur Bestimmung von Chrom(VI) 219
Caesium-134/137, Identifizierung 211, 277
Caesium-137, Bestimmung 206
Calceinblau, als Fluorescenzindicator 445
Calcium, Säurealizarinschwarz SN als Indicator bei der ÄDTA-Titration 209; Nachweis 449; Bestimmung 446; Titration mit Murexid als Indicator 43; Bestimmung mit Chloranilsäure 204; Bestimmung neben Magnesium 44; derivatographische Bestimmung neben Strontium und Barium 329; Bestimmung als Oxalat neben Aluminium und Eisen 44; flammenphotometrische Bestimmung in Gegenwart von Sulfat und Phosphat 198; Abtrennung von Mangan 457; Bestimmung in Lebensmitteln 239; in Silicium 433; in Reinstselen 138; in Eisenerzen, Schlacken und feuerfesten Stoffen 72; in Bodenextrakten 372; in Schmierölen 293; in Trichloressigsäureextrakten aus Knochen, Zahnbein und Zahnschmelz 390; im Urin 154; Beeinflussung der flammenphotometrischen Bestimmung durch Aluminium in Gegenwart von Protein 198; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Kupfer(II) und Eisen(III) neben Calcium 243; von Barium neben Calcium in Mineralien 287
Calciumchlorid, Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12
Calciumionen, Bestimmung in Arzneibuchpräparaten 381
Cantharidin, Bestimmung in Cantharis 385

Cantharis, Bestimmung von Cantharidin 385
ε-Caprolactam, neue Methode zum Nachweis 269
Caprolactamproduktion, Bestimmung von Nitrocyclohexan 295
Carbohydrate, ionophoretische Trennung 204
Carbonsäuren, Bestimmung 200
Carbonylverbindungen, Nachweis 460; Bestimmung niedrig siedender Carbonylverbindungen 230; Bestimmung im Rauch von Zigarrentabak 231
Carbowax 400, als stationäre Phase für die Gaschromatographie 201
Carboxyl, Bestimmung in Cellulose und oxydierter Cellulose 292
Carboxylendgruppen, Bestimmung mit Carboxypeptidase in Sauerstoff-18-Wasser 319
Carboxylhaltige silicoorganische Verbindungen, Bestimmung 461
Carboxypeptidase, zur Bestimmung von Carboxylendgruppen 318
Casein, Untersuchung 158
Celite, Trägersubstanz bei der Trennung von Pyridinderivaten 202
Cellodextrine, Analyse 234
Cellulose, Bestimmung des Carboxylgehaltes in normaler und oxydierter Cellulose 292
Centralgine, Bestimmung 76
Cer, Bestimmung höherer Konzentrationen 46; Abtrennung 46; Bestimmung in Plutoniumlegierungen 282; in biologischem Material 270; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 267
Cer-144, Bestimmung 206; Identifizierung im Wasser 276
Cer(III), Farbreaktion 426; Bestimmung mit Permanganat in alkalischer Lösung 244
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung der Gesamtphosphatide 160
Cerimetrie, potentiometrische Titrationen in der wasserfreien Cerimetrie 358
Cetylgallat, Wirksamkeit 296
Chemikalien, Bestimmung von Zink 45
Chemische Technik in USA, (Rationalisierungs-Kuratorium der Deutschen Wirtschaft) 126 [L]
Chinidin, Bestimmung 308
Chinidinsulfat, Bestimmung 79
Chinin, Bestimmung 308; in Medikamenten 79
Chininsulfat, Bestimmung 79
Chinoide Systeme, polarographische Untersuchung 440
Chinolinderivate, Abtrennung 237
Chinon, Bestimmung mit Silber(I) 340
Chinoxaline, polarographische Untersuchung 440
Chlor, Bestimmung in Halbleitersilicium 282; in Serum 155; Bestimmung von Chlordioxid neben Chlor 63
Chloramphenicol, volumetrische Bestimmung 306; Bestimmung neben anderen absorbierenden Substanzen 306
Chloramphenicolcinnamat, Bestimmung 307
Chloramphenicolsuccinat, Bestimmung 307
Chloranilsäure, zur Bestimmung von Alkali- und Erdalkalimetallionen nach papierchromatographischer Trennung 203
Chloranilsäureverfahren, zur colorimetrischen Sulfatbestimmung im Wasser 103
Chlorat, Bestimmung neben Sulfit 57
Chlordioxid, Bestimmung neben Chlor 63
Chlorid, Bestimmung 221; mercurimetrische Bestimmung 62; Bestimmung kleiner Mengen bei hoher Ionenstärke 221; Bestimmung in Äthylenglykol 152
Chlorabenzalsemicarbazone, Bestimmung 230
Chloroform, Bestimmung 240; in Tetrachlorkohlenstoff 150
1-Chloro-2-nitrobenzol, Bestimmung in Ananasfrüchten 120
Chlorophyll, Bestimmung in Pflanzenextrakten 148
N-p-Chlorphenyl-2,4-diamino-s-triazin, Nachweis 383
6-Chlor-7-sulfoamido-1,2,4-benzothiadizin-1,1-dioxid, Nachweis 383
6-Chlor-7-sulfoamido-3,4-dihydro-1-2,4-benzothiadiazin-1,1-dioxid, Nachweis 383
Chlortetracyclin-Metallchelate, Bildung von Komplexen 208
Chlorzellen, Analyse des Gases durch Gaschromatographie 129
Chlotride, Nachweis 383
Cholesterin, Abtrennung 313
Cholin, Untersuchung mit Kalignost 444
Cholinester, Trennung 392
Cholinesterase, Bestimmung 320
Chondroitinsulfat, Abtrennung 399
CHPADNS, zur Bestimmung von Thorium 213
Chrom, Bestimmung neben Aluminium und Beryllium 453; flammenphotometrische Bestimmung in Gegenwart von Phosphat und Sulfat 198;

Bestimmung ohne vorherige Abtrennung von der Matrix der Legierung 142; Bestimmung in Reinstselen 138; in Stahl 220; im Stahl und in Aluminiumlegierungen 142; in Erzen, Schlacken, Roheisen, Stahl, Ferrochrom und Ferrovanadium 139; neben Kupfer und Zink in Katalysatoren 373; in Titantetrachlorid 290; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 199; auf die Kobaltbestimmung 267; Bestimmung von Kupfer und Zink in hochreinem Chrom 138; von Kobalt 144
Chrom-51, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275; im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277
Chrom(III), Bestimmung 445
Chrom(VI), photometrische Bestimmung 219
Chromat, Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12
Chromat/o-Dianisidin, colorimetrische Anwendungen des Systems 207
Chromate, UV-Spektren 57
Chromatographie, in der analytischen Chemie 197; Unterscheidung der Glykosidtypen von Flavonolen durch Dünnschichtchromatographie 161
Chrom-Nickel-Eisenlegierungen,Bestimmung von Kobalt 370
Chromosorb, Trägersubstanz bei der Verteilungschromatographie von Pyridinderivaten 202
Chromotropsäure, zur Bestimmung kleiner Mengen Nitrat in Luft und Wasser 366
Chrysen, gaschromatographische Abtrennung 202; Bestimmung in Petroleumwachsen 294
Chrysophanol, Identifizierung 304; Bestimmung 305
Cinchona-Alkaloide, Bestimmung durch IR-Spektrophotometrie 308
Cinchonidin, Bestimmung 308
Cinchonin, Bestimmung 308
Cinnamylformiate, Massenspektren 237
Cinnamylhydroxamsäure, zur Trennung von Niob und Tantal 56
Cinnamyl-bis-isovalerianate, Massenspektren 237
N-Cinnamyl-N-phenylhydroxylamin, zur Trennung von Niob und Tantal 56
Citronella-Öl, Bestimmung des Geraniolgehaltes 301
Citronellol, Bestimmung 301; in Gegenwart von Geraniol 301
Citrullin, Bestimmung im Blutserum 395
Codeinsalze, Analyse in Mischungen 303
Codeinsulfat, Bestimmung 79
Coffein, Nachweis 76, 383; Bestimmung 78; Analyse in Mischungen 303; Bestimmung in Gewebe und biologischem Material 317; Bestimmung von Phenacetin neben Coffein in Tabletten 386
Collidine, Bestimmung 149; Identifizierung und Analyse von hochsiedenden Fraktionen 149
Colorimetric Determination of Non-Metals (Boltz) 39 [L]
Correlation Between Physical Constants and Chemical Structure (Waterman) 127 [L]
Corticosteroide, Bestimmung reduzierender Corticosteroide im Harn 315
Coulometrische Analysen, Zeitmessung 204
Crack-Katalysatoren, Bestimmung der Oberfläche 374
Craig-Verteilung, in der Pflanzenchemie 298
Cryoglobulin, Anfärbbarkeit 312
Curcumin, zur Bestimmung von Bor in Uran 134
Cyanid, Bestimmung in Metallkomplexen 215; in Gasen, in der Luft oder in industriellen Abwässern 368
Cyanidinchlorid, Reaktion mit Germanium 455
Cyclohexan, Bestimmung in Tetrachlorkohlenstoff 150; in Benzol 150
Cyclohexen, Nachweis 227
Cyclopentylpyridine, Bestimmung 149
Cyclopropan, Bestimmung 240
Cystein, Bestimmung durch Reaktion mit Natriumazid und Jod 395
Cysteinsäure, Aktivität 3
Cysteinsulfonat, Identifizierung 397
Cystin, Bestimmung 158; durch Reaktion mit Natriumazid und Jod 395, 396; Bestimmung im Blutserum 395
DL-Cystin, radioautochromatographischer Nachweis der Stoffwechselprodukte von ^{35}S-DL-Cystin 396
Cytidin, Abtrennung 318

Deformationsfrequenz von NO_2, Festlegung in aromatischen Nitroverbindungen 81
Deuterium, Bestimmung in Proben, die Luft enthalten 275
Diacetylmonoxim, p-Nitrophenylhydrazon zur Bestimmung von Kobalt 170
Diäthyldithiocarbaminat, zur Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Quecksilber 212

Diamox, Nachweis 383
o-Dianisidin-Chromat, colorimetrische Anwendungen des Systems 207
Diarylketone, Nachweis mehrkerniger Diarylketone in der Luft 128
Diazosalze, stabile Diazosalze als Sprühreagentien auf Phenole und aromatische Amine 235
Dibenzanthracen, Bestimmung in Petroleumwachsen 294
Diboran, Bestimmung in Mischungen 453
p-Dibrombenzol, gaschromatographische Abtrennung 202
Dichlorboran, Bestimmung in Mischungen 453
2,5-Dichloro-3,6-dihydroxy-o-chinon zur Bestimmung von Alkali- und Erdalkalimetallionen nach papierchromatographischer Trennung 203
Dichlotride, Nachweis 383
Dicyandiamid, zur Identifizierung von Sulfanilamiden, Vitaminen des B-Komplexes und Aminosäuren 78
2,2′-Difluorenylketon, Nachweis in der Luft 128
Dihydrosphingosin, Abtrennung 384
Dihydrostreptomycin, Bildung von Komplexen 208
1,2-Dihydroxybenzol-3,5-disulfonat, zur Bestimmung von Titan 53
Dihydroxybenzole, Abtrennung 235
Dihydroxydiphenylmethantetraalkohol, Bromaufnahme 414, 415
Dihydroxypropyltheophyllin, Bestimmung neben Luminal 386
Dijodtyroessigsäure, Bestimmung 397
Dikaliumtetrarhodanomercurat(II), zur Bestimmung von Kobalt 107
Dikresylphosphat, stationäre Phase bei der gaschromatographischen Trennung von Pyridinderivaten 202
Dimethyläthylpyridine, Bestimmung 149
1,3-Dimethyl-4-amino-5-nitrosouracil, Bestimmung 385
10-(2-Dimethylaminopropyl)-phenothiazin-hydrochlorid, Bestimmung 384
Dimethylglyoximat, zur Fällung von Nickel 222
2,6-Dimethylolphenol, Bromaufnahme 414, 415
Dinatrium-Bariumäthylendiamintetraacetat, Reagens zur Bestimmung von Zink und Kupfer 450
3,5-Dinitrobenzoesäureanhydrid, bei der Spaltung aliphatischer Äther 229
ε-Dinitrophenyllysin, Bestimmung 235
1,3-Diphenylbenzol, gaschromatographische Abtrennung 202
Diphenylcarbazid, zur Bestimmung von Kupfer 448
Diphenylcarbazon, als analytisches Agens 444
Diphenylphthalat, stationäre Phase bei der gaschromatographischen Trennung von Pyridinderivaten 202
Diphosphatidglycerin, Nachweis in Säugetierzellen 314
Diprophyllin, Bestimmung neben Luminal 386
Disalunil, Nachweis 383
Disiliciumhexachlorid, Bestimmung des Borgehaltes 178
Disulfophenylfluoron, zur Bestimmung von Titan 52
9(2,′4′-Disulfophenyl)-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron, zur Bestimmung von Titan 52
Dithizon, zur Abtrennung von Zink von anderen Metallen 44
Diuretica, Nachweis natürlicher und synthetischer Diuretica 383
Dolantin, Bestimmung 76
Dolomit, Bestimmung von Calcium 44; von Ca und Mg 72
Dolosal, Bestimmung 76
Doriden, Einfluß auf den Barbituratnachweis 384
Drogen, Bestimmung der Mutterkornalkaloide 388
Düngemittel, Bestimmung von Phosphat 74
Dünnschichtchromatographie, zur Unterscheidung der Glykosidtypen der Flavonole 161
Dulcit, R_f-Wert 237
Dyphyllin, Nachweis 76

Edestin, Untersuchung 158
Einführung in die Stöchiometrie (Nylen-Wigren) 435 [L]
Eisen, spezifische Tüpfelreaktion 64; Bestimmung 208, 445; colorimetrische Bestimmung 65; Bestimmung mit Natriumazid 458; mit Methyl-2-pyridylketoxim 459; Abtrennung von Elementen der zweiten und dritten Gruppe 457; Bestimmung in Goldproben 131; in hochreinem Aluminium 134; in Yttrium und Yttriumoxid 134; in Plutoniumlegierungen 282; in Silicium 433; in Wismut-Metallegierungen 283; neben Titan in Titanerzen und Titanschlacken 71; Bestimmung in Titantetrachlorid 290; von Spuren in Öl 148; Bestimmung in

biologischen Flüssigkeiten 156; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 199; auf die Kobaltbestimmung 267; Bestimmung von Gold neben Eisen 168; von Calcium neben Eisen 44; der Seltenen Erden 139; von Kohlenstoff 284; von Schwefel 141; von Kobalt 144
Eisen-59, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275; im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277
Eisen(III), Bestimmung in Gegenwart von Metallionen 241; Abtrennung von Beryllium 43; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 257
Eisenalaun, Indicator bei der Bestimmung von Chlorid bei hoher Ionenstärke 222
Eisenerze, Bestimmung von Calcium und Magnesium 72
Eisenhüttenlaboratorium, Anwendung der Polarisationsspannungstitration 139; Handbuch Bd. 1 (Chemikerausschuß des VDE) 124 [L]
Eisenlegierungen, Bestimmung von Bor 285; von Kohlenstoff 284
Eisen(III)-lösungen, Bestimmung von freien Säuren 75
Eisen-Nickel-Chromlegierungen, Bestimmung von Kobalt 370
Eisen(III)-sulfat, zur Titration von Uran 72
Eisen(III)-Thiosulfatreaktionen, zur Bestimmung von Kupfer 113
Eiweiß, Bestimmung in Urin 312
Elektroden, unbewegliche Quecksilberelektrode für mikroanalytische Bestimmungen 210; Polarographie an festen, rotierenden Elektroden in Salzschmelzen 205; oxydimetrische, potentiometrische Titrationen mit der Glaselektrode 359; mit der Antimonelektrode 362
Elektrodenreaktionen, Bestimmung der Elektronigkeit 205
Elektrolytgold, Analyse von Wismut, Kupfer und Blei 131
Elektronigkeit, Bestimmung von Elektrodenreaktionen 205
Elementaranalyse, Bestimmung von Wasserstoff in flüssigen Kohlenwasserstoffen 223; von Kohlenstoff in organischen Verbindungen 224; von Arsen und Antimon in organischen Verbindungen 382; von Halogen in organischen Verbindungen 225; Nachweis von Jod in anorganischen und organischen Verbindungen 225
Elemente, gegenseitige Beeinflussung der Strahlungsintensität in der Flamme 197; Anwendung der Absorptionskante bei Bestrahlung mit Röntgenstrahlen 198
Elemente der 2. und 3. Gruppe, Abtrennung von Eisen 457
Emodine, Bestimmung 305
Endnucleoside, Nachweis in Polyribonucleotiden 318
Entgasungsverhalten von Kohlen, gravimetrische und volumetrische Messung 377
Ephedrin, Nachweis 76; Untersuchung mit Kalignost 444
Epineproin, Nachweis 76
Epoxide, Bestimmung in wäßriger oder organischer Lösung 460
Erbium, Farbreaktion 426; Bestimmung 47
Erbsen, Analyse 120
Erbsmehl, Bestimmung 120; Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 293
Erdalkaliionen, Austauschverhalten 457; Bestimmung mit Chloranilsäure nach papierchromatographischer Trennung 203
Erdölfraktionen, Tüpfeltest auf Stickstoffverbindungen 379
Erdölprodukte, massenspektrometrische Untersuchung 148; Bestimmung von V und Ni 379
Erdproben, Bestimmung von Strontium 370
Ergotamin, Trennung von anderen Arzneistoffen in Kopfschmerztabletten 309
Erschmelzung von Legierungen, Bestimmung von Kupfer in Zusätzen 401
Erythrocyten, Bestimmung von Kalium 153; von Magnesium 154; von Galaktose-1-phosphat 160; von Glutathion 159
Erze, Bestimmung von Cu, Zn und Pb 441; von Calcium und Magnesium 72; von Strontium 370; von Uran durch Wechselstrompolarographie 66; von Uran und Thorium 67; von Arsen 139; von Vanadium mit Benzoylphenylhydroxylamin 140; von Selen 67; von Chrom und Vanadium 139; von Mangan 139
Essigsäure, Nachweis 462
Ester, Massenspektren der homologen Reihe aromatischer Ester 237

Eugenol, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 303
Europium, coulometrische Bestimmung 213; Abtrennung 46
Europium-152, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275
Extractum Strychni, Bestimmung von Strychnin und Brucin 389

Faeces, Bestimmung von Gold 390
Farben, Bestimmung von Phenylquecksilber(II)-verbindungen und Gesamtquecksilber 193
Ferrochrom, Bestimmung von Vanadium 56; von Chrom und Vanadium 139
Ferrolegierungen, Bestimmung von Arsen 139; von Kobalt 144
Ferromangan, Bestimmung von Phosphor 143; von Mangan 139
Ferromolybdän, Bestimmung von Phosphor 143
Ferrovanadin, Bestimmung von Phosphor 143; von Chrom und Vanadium 139
Festkörper, Infrarotabsorptionsmessungen adsorbierter Phasen an pulverisierten Festkörpern 437
Fett, Bestimmung des Gehaltes in Milch 121; der Gesamtfettsäuren und des Unverseifbaren 298
Fettamine, gaschromatographische Bestimmung primärer Fettamine 229
Fettsäureester, Gas-flüssig-Chromatographie 233
Fettsäuregemische, Systematik der papierchromatographischen Trennung 233
Fettsäuremethylester, Bestimmung 233; gaschromatographische Untersuchung 234
Fettsäuren, Analyse 297; Bestimmung in Fetten, Fettsäuren und Seifen 298; Zusammensetzung in einigen Konjuenölen 298; Abtrennung unveresterter Fettsäuren 313; chromatographische Trennung niederer Fettsäuren 232; gaschromatographische Untersuchung der Methylester 203; Bestimmung der Gesamtfettsäuren und des Unverseifbaren 298
Feuchtigkeit, Bestimmung in Schüttgütern 289
Feuerfeste Stoffe, Bestimmung von Calcium und Magnesium 72
Flamme, Anhebung der Linienintensitäten in der Flamme 436; gegenseitiger Einfluß von Elementen auf ihre Strahlungsintensität in der Flamme 197
Flammenphotometrie, Anhebung der Linienintensitäten in der Flamme 436
Flavinnucleotid, polarographische Untersuchung 440
Flavonole, Unterscheidung der Glykosidtypen durch Polyamid-Dünnschichtchromatographie 161
Flüssigkeits-Scintillations-Spektrometer, zur Radiosäulenchromatographie 1
Flugzeugbenzin, Bestimmung von Benzol und Toluol 201
Fluor, Bestimmung kleiner Mengen 61; Bestimmung durch γ-Strahlung des bestrahlten Materials 62; kleiner Mengen in Trinkwasser und biologischem Material 275
Fluorescenzanregungsspektren, Vermessung 198
Fluorescenzindicatoren, Calceinblau als Fluorescenzindicator 445
Fluorescenzspektren, Vermessung 198
Fluorescenzspektrophotometrie, Vermessung von Fluorescenzanregungs- und Fluorescenzspektren 198
Fluorid, zur Bestimmung von Thorium mit Azofarbstoffen als Indicatoren 213; Bestimmung 61; polarographische Bestimmung 62; Bestimmung in Wasser 129; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12
Fluoride, Bestimmung in Staubteilchen und in komplexen Fluoriden und in der Luft 367
9α-Fluoro-16α-hydroxyprednisolon, Identifizierung 79
9α-Fluoro-16α-methylprednisolon, Identifizierung 79
Fluroral, Bestimmung in Milch 121
Forensische Chemie, Bestimmung flüchtiger Substanzen 240
Formaldehyd, zur Bestimmung von Schwefeldioxid in der Luft 57; Retentionszeit bei der Gaschromatographie 231; Bestimmung in Phenol- und Kresolformaldehydprodukten 418
β-Formylphenylhydrazin, Bestimmung 230
Formylprotein, Bestimmung 293
Formylstärke, Bestimmung 293
Formylzellstoff, Bestimmung 293
Fraktionssammler, Prinzip, Bau und Arbeitsweise eines Fraktionssammlers für die Säulenchromatographie 199
Frangula-Oxymethylanthrachinone, Bestimmung neben Phenolphthalein in pharmazeutischen Präparaten 305

Fremdionen, Einfluß auf die Kobaltbestimmung 259
Fructose, Bestimmung 120
Funktionelle Gruppen, qualitative Prüfung zur Identifizierung unbekannter Komponenten bei gaschromatographischen Trennungen 202

Gadolinium, Abtrennung 46
Galaktose-1-phosphat, Bestimmung in Erythrocyten 160
Gallium, Farbreaktion 426; Bestimmung 445; spektralphotometrische Bestimmung mit Triphenyltetrazoliumchlorid 215; Bestimmung in Kohlen 148; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266
Galvanische Verchromung (Weiner) 366 [L]
Gaschromatographie, Übersicht über die Anwendungsmöglichkeiten 199; in der analytischen Chemie 197; Anwendung der Reaktionsgaschromatographie 200; mit programmierter kontrollierter Temperaturänderung 438; Berechnung der temperaturabhängigen theoretischen Bodenhöhe einer Kolonne 437; lineare, kontinuierliche Temperaturerhöhung im Verlauf der Trennung in der Gaschromatographie 199; Abnahme der Trennwirksamkeit einer Säule mit steigender Probenmenge 199; Verwendung zur Analyse flüchtiger Komponenten in nichtflüchtigem Medium 438; Carbowax 400 als stationäre Phase 201; Ionisationsdetektor 203; Nachweis anorganischer Gase im Ionisationsdetektor 201; zur Identifizierung organischer Verbindungen 459; Trennung fester organischer Verbindungen unter ihrem Siedepunkt 202; Prüfung auf funktionelle Gruppen zur Identifizierung unbekannter Komponenten in der Gaschromatographie 202; Anwendungen in kriminalistischen Laboratorien 240
Gase, Nachweis anorganischer Gase im Ionisationsdetektor 201; Erfassung in Metallen 369; Bestimmung von Sauerstoff 275; von Schwefel 368; von Schwefelwasserstoff und Cyanid 368; der Gase aus Chlorzellen 129
Gas-Flüssigkeits-Chromatographie, Übersicht über die Anwendungsmöglichkeiten 199
Gasgemische, Trennung und Bestimmung von Argon, Sauerstoff und Stickstoff in Gasgemischen 129
Gasöl, Bestimmung von Thiophenen 148
Gasöldestillat, quantitative massenspektrometrische Analyse 197
Gasöle, Bestimmung heterocyclischer Verbindungen aus gecrackten texanischen Gasölen 148
Geochemische Probleme, Lösung durch radiochemische Analyse 441
Geraniol, Bestimmung in Citronellaöl 301; Bestimmung von Citronellol neben Geraniol 301
Gerichtsmedizin, Nachweis von Nitriten 37
Germanium, Reaktion mit Cyanidinchlorid, Naringenin, Tiron, Alizarin S, Hämatoxylin, Hämatein und 4′-Hydroxyphenylfluoron 455; Bestimmung 343; polarographische Bestimmung 115; Abtrennung von radioaktivem Arsen 217; Bestimmung in Kohlen 148
Germaniumoxid, Abtrennung von radioaktivem Arsen 217
Gerste, Analyse 120
Gerstenstroh, Bestimmung 120; Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 293
Gesteine, Bestimmung kleiner Mengen Blei 67; von Selen 67; von Nickel 146
Gewebe, Bestimmung von Gold 390; Bestimmung und Trennung von Coffein, Antipyrin und Phenacetin 317
Gewebsextrakte, Mikrobestimmung von Histamin 317
Glaselektrode, für oxydimetrische, potentiometrische Titrationen 359
Globuline, Anfärbbarkeit 312
Glucocorticoidpräparate, Austesten 78
Glucoheptonsäure, Bestimmung von Oxalsäure im Lacton 383
Glucosamin, Bestimmung 398
Glucose, Bestimmung 120; Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten durch Verwendung der Glucoseoxydase 398; Bestimmung von Theophyllin 80
Glucoseoxydase, zur Bestimmung von Glucose in biologischen Flüssigkeiten 398
Glutamin, Bestimmung 158; Trennung von seinem Kupferkomplex 158
Glutaminsäure, Aktivität 5; Bestimmung 158; Trennung von ihrem Kupferkomplex 158; Bestimmung im Blutserum 395
Glutathion, Bestimmung in Erythrocyten 159
Glyceride, Abtrennung 313

Glycerin, Bestimmung durch Reaktionsgaschromatographie 200; Bestimmung im Wein 239
Glycin, siehe Glykokoll
Glykokoll, zur Bestimmung von Kupfer 211; Aktivität 4; Bestimmung 158, 395; Trennung von seinem Kupferkomplex 158; Bestimmung im Blutserum 395
Glykoprotein, Bestimmung 398
Glykosidtypen der Flavonole, Unterscheidung durch Polyamid-Dünnschichtchromatographie 161
Glyoxal-bis(2-hydroxyanil), Reaktion mit Seltenen Erden und Zinn(II) 425
Gold, Untersuchung 131; extraktivphotometrische Trennverfahren 166; Extraktion als Polyäthylenglykolgoldchlorid 166; Bestimmung neben einigen Begleitelementen 168; neben Platin und Palladium 66; Bestimmung im Silicium 433; in biologischen Flüssigkeiten 390; Analyse auf Blei, Kupfer und Wismut in Elektrolytgold 131
Gold(III), Nachweis mit N,N′-Di-2-naphthyl-p-phenylendiamin 42
Goldbromwasserstoffsäure, zum Nachweis von Arzneimitteln 76
Goldchlorwasserstoffsäure, zum Nachweis von Arzneimitteln 76
Goldproben, Bestimmung von Kupfer 131; von Eisen 131
Gräser, Bestimmung von Strontium 370
Guanidincarbonat, thermische Beständigkeit 437
Gußeisen, Bestimmung von Arsen 140

Haare, Bestimmung von Sulfhydryl-Gruppen im Keratin 397
Hämatein, Reaktion mit Germanium 455
Hämatoxylin, Reaktion mit Germanium 455; Indicator bei der chelatometrischen Bestimmung von Wismut und Zirkonium 210
Hafnium, bei der Bestimmung kleiner Mengen Fluorid 61; Bestimmung in Lösungen, die komplexbildende Säuren enthalten 116
Halbleiterindustrie, Analyse von hochreinem Nickel 145
Halbleitersilicium, Bestimmung der Halogene 282
Halogene, Bestimmung mit Silberionen 220; Analyse aggressiver Halogene in Mischungen mit Halogenverbindungen 220; Bestimmung in hochreinem Silicium 282; in organischen Verbindungen durch Metallaufschluß 225
Halogenverbindungen, polarographische Untersuchung 440; Analyse von Mischungen aggressiver Halogene und Halogenverbindungen 220
Hammett-Gleichung, zur Festlegung einer NO_2-Deformationsfrequenz in aromatischen Nitroverbindungen 81
Handbuch für das Eisenhüttenlaboratorium. Bd. 1 (Chemikerausschuß des VDE) 124 [L]
Hanford-Abwasser, radiochemische Analyse 275
Harn, Bestimmung von Magnesium 154; Nachweis von Aminen 156; Bestimmung von Coffein, Antipyrin und Phenacetin 317; von Adrenalin und Arterenol 399; Nachweis und Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure 156; Bestimmung von Vitamin B_1 316; von reduzierenden Corticosteroiden 315; siehe auch Urin
Harnstoff, Aktivität 3; Bestimmung 320
Harze, Bestimmung von Säure- und Verseifungszahlen 152
Heizöle, Bestimmung von Schwefel 294
Helium, Bestimmung kleiner Mengen in Wasserstoff 367
Heparin, papierchromatographische Abtrennung 399
β-Heparin, Abtrennung 399
α-Heparinmonosulfat, Abtrennung 399
Heparitinsulfat, Abtrennung 399
Heptanal, Bestimmung 76
Heterocyclen, polarographische Untersuchung 440; Bestimmung in Erdölprodukten 148, 379
Heteropolysäuren des Molybdäns, polarographisches Verhalten 343
Hexacyanoferrat(II), zur Bestimmung von Kupfer 221; Zersetzung durch Silber 448
Hexahydro-1,3,5-trinitro-s-triazin, Bestimmung 238
Hexan-Hexole, Abtrennung 236
Hirn, Abtrennung serinhaltiger Phosphatide aus Rattenhirn 393
Histamin, Nachweis 317; papierchromatographischer Nachweis 317; Untersuchung mit Kalignost 444; Mikrobestimmung in Gewebsextrakten 317
Histidin, Bestimmung 158; im Blutserum 395
Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren, Analyse von Korrosionsprodukten 277; Bestimmung von Radiojod 276

Hochfrequenztitrimetrie, Apparatur für Hochfrequenztitrationen 205
Holmium, Bestimmung 47
Homobrenzcatechin, Bestimmung in Phenolöl 149
Humussubstanzen, papierelektrophoretische und papierchromatographische Untersuchungen 376
Hyaluronidase, Bestimmung am Tier 400
Hydrazin, indirekte Bestimmung 207
Hydrazinderivate, Bestimmung organischer Hydrazinderivate 230
Hydrazinsulfat, Bestimmung 54
Hydrochinon, Wirksamkeit als Antioxydans 296; Oxydation 360, 362; Reaktion mit Silber(I) 335
Hydrochlorthiazid, Bestimmung 77
Hydrocortison, Bestimmung 78
Hydrophenylpropankörper, Trennung in ätherischen Ölen 306
Hydroxamsäuren, analytische Anwendung 446
Hydroxyäthyltheophyllin, Bestimmung von Theophyllin 79
Hydroxybenzalsemicarbazone, Bestimmung 230
4,4′-Hydroxy-3,5-dijodphenol-3,5-dijodphenylessigsäure, Bestimmung 397
4,4′-Hydroxy-3′-jodphenol-3,5-dijodphenylessigsäure, Bestimmung 397
Hydroxylamin, indirekte Bestimmung 207; Bestimmung durch Oxydation mit Bromchlorid 455
Hydroxylgruppen, Bestimmung phenolischer Hydroxylgruppen in Ligninen 376
o-Hydroxymercuribenzoesäure, Anwendungsmöglichkeiten 442
4-Hydroxy-3-methoxyphenyläthanolamin, Nachweis im Harn 156
p-Hydroxy-m-nitrophenylarsonsäure, als analytisches Reagens 88
4,4′-Hydroxyphenol-3,5-dijodphenylessigsäure, Bestimmung 397
4′-Hydroxyphenylfluoron, Reaktion mit Germanium 455
Hypobromitlösung, zur Titration von Antimon(III) und Thiocyanat 218
Hypotaurin, Identifizierung 397

Ilmenit, Bestimmung von Vanadium 56
Impatiens, Untersuchung der Fettsäuren im Öl 298
Inconel, Bestimmung von Kobalt 370
Indicatoren, Calceinblau als Fluorescenzindicator 445; Verwendung von 7,4-Sulfo-1-naphthylazo-8-hydroxychinolin-5-sulfonsäure 444
Indium, Farbreaktion 426; Bestimmung 445; Trennung von Cadmium durch Ausnutzung des Ionenaustauschvermögens von Papier 115; Bestimmung im Silicium 433; in Reinstselen 138; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266
Indium-114, Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 275
Indol, Bestimmung in Teerdestillaten 237
Indolderivate, Abtrennung 237
Industrieabwässer, Bestimmung organischer Substanzen 220
Infrarotspektren, verschiedener Verbindungen 437
Infrarotspektroskopie, in der analytischen Chemie 197
Inosite, R_f-Wert 237
Inosit-Oxydationsprodukte, Abtrennung 236
epi-meso-Inosose, R_f-Wert 237
Insulin, Untersuchung 158
Intrinsic Factor, Bestimmung 398
Ionenaustausch, in der Pflanzenchemie 298
Ionenaustauscher, Bestimmung von Bestandteilen nach radioaktiver Bestrahlung 129
Ionenaustauschvermögen von Papier, Ausnutzung zur Trennung von Cd und In 115
Ionenstärke, Papierionophorese in Lösungen organischer Puffersubstanzen mit hoher Ionenstärke 204
Ionisationsdetektor, in der Gaschromatographie 203; zum Nachweis anorganischer Gase 201
Iridium, spektralanalytische Bestimmung der Beimengungen 286; Bestimmung kleiner Gehalte in Platin 287
Isoamylbenzoate, Massenspektren 237
Isoamylcinnamate, Massenspektren 237
Isoamylgallat, Wirksamkeit 296
Isoamylphthalate, Massenspektren 237
Isoamylsalicylate, Massenspektren 237
Isobutylbenzoate, Massenspektren 237
Isobutylcinnamate, Massenspektren 237
Isobutylphthalate, Massenspektren 237
Isobutylsalicylate, Massenspektren 237
Isohomobrenzcatechin, Bestimmung in Phenolöl 149
Isoleucin, Aktivität 3; Bestimmung 158, 395; im Blutserum 395
Isoniazid, Bildung von Komplexen 208
Isopropylbenzoate, Massenspektren 237
Isopropylbenzol, Kontrolle des Oxydationsprozesses 151

Isopropylcinnamate, Massenspektren 237
Isopropylphthalate, Massenspektren 237
Isopropylsalicylate, Massenspektren 237
Isotope, Anwendung radioaktiver Isotope zur Analyse von Pflanzenölen 297

Jod, zur Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 463; zur Methioninbestimmung 396; Reaktion mit Cystein und Cystin 395; Bestimmung von Radiojod in Hochdruckkühlwässern von Kernreaktoren 276; Bestimmung in Halbleitersilicium 283; von Gesamtjod in Jodtinktur DAB 6 299; Nachweis in organischen und anorganischen Verbindungen 225; Bestimmung von butanolextrahierbarem Jod im Serum 392; Veraschung zur Bestimmung von proteingebundenem Jod in Serum 311
Jod-131, Bestimmung in Uran-Spaltprodukten 281
Jodid, Oxydation mit Nitratocerat 359; Bestimmung 221; neben Bromiden 63; Bestimmung in Vollsalz 121
Jodisotope, Bestimmung in der Luft 274
Jodtinktur DAB 6, Bestimmung von Gesamtjod 299
Jodtyroessigsäuren, Trennung 397
Jodwasserstoffsäure, zur Spaltung bei der Identifizierung von aliphatischen Äthern 228
Jodzahl, radiometrische Bestimmung 297

Kaempferol-3-arabinosid, R_f-Wert 163
Kaempferoldiglucoside, R_f-Werte 163
Kaempferol-3-glucosid, R_f-Wert 163
Kaempferol-3-rhamnogalaktosid-7-rhamnosid, R_f-Wert 163
Kaempferol-3-rhamnoglucosid, R_f-Wert 163, 164
Kaempferol-3-rhamnosid, R_f-Wert 163
Kalignost, Anwendung 444
Kalisalze, Bestimmung oberflächenaktiver Substanzen 147
Kalium, Titration mit Tetraphenyloborat 41; Bestimmung mit Chloranilsäure 204; indirekte komplexometrische Bestimmung 41; Bestimmung neben Natrium 447; Bestimmung in Bodenextrakten 372; radiometrische Bestimmung bei der Betriebskontrolle der Herstellung von Vanadiumkontaktmasse und Kaliumpermanganat 373; Bestimmung in Titanweiß 291; Bestimmung in Erythrocyten 153; flammenphotometrische Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 390; Bestimmung im Serum 153
Kalium-40, Identifizierung im Regenwasser 276
Kaliumantimonyltartrat, zur Bestimmung von Quecksilber 452
Kaliumbromid, Beständigkeit 437
Kaliumchloridkristalle, Bestimmung von Barium und Strontium 292
Kaliumjodid, Oxydation mit Ammoniumnitratocerat 359; Mikrobestimmung in Vollsalz 121
Kalium-Natriumtartrat, Einfluß auf die Kobaltbestimmung 267
Kaliumpermanganat, zur Titration von Tellurit 58; radiometrische Kaliumbestimmung bei der Betriebskontrolle 373
Kaliumsulfat, thermische Beständigkeit 437
Kartoffeln, Bestimmung 120; Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 293
Katalysatoren, Bestimmung von Cu, Zn und Cr nebeneinander 373; Bestimmung der Oberflächengröße von Crack-Katalysatoren 374
Kationen, Bestimmung mit Thioacetamid und ÄDTA 208; austauschchromatographische Trennung anorganischer Kationen 439
Kationenaustauscher, Verteilungsskala 439
Keratin, Bestimmung von Sulfhydryl-Gruppen 397
Kernreaktoren, Analyse der Korrosionsprodukte in Hochdruckkühlwasser 277; Bestimmung von Radiojod in Hochdruckkühlwässern 276
Kernresonanzspektren, in der analytischen Chemie 197
Kesselablagerungen, Bestimmung von Schwefelsäure 289
Ketalgin, Bestimmung 76
Ketone, polarographische Untersuchung 440
Kieselsäure, photometrische Bestimmung 216; Bestimmung der wasserlöslichen Kieselsäure 51; Bestimmung in Mineralen und schwer aufschließbarem Material 288
Knochen, Bestimmung von Calcium in Trichloressigsäureextrakten 390
Knochenasche, Bestimmung von Strontium 370

Knochengewebe, Bestimmung von Strontium-90 391
Kobalt, Bestimmung 65, 208, 445; spektrophotometrische Bestimmung mit Kobalton-I 170; komplexometrische Mikrobestimmung mit ÄDTA 118; Bestimmung als Dikaliumtetrarhodanomercurat(II) 107; als Selenit 324; Bestimmung mit Pyridin-2,6-dicarbonsäure 259; flammenphotometrische Bestimmung in Gegenwart von Phosphat und Sulfat 198; Bestimmung in Kupferlegierungen 131; in Plutoniumlegierungen 282; in Silicium 433; in Reinstselen 138; in hochlegierten Stählen 144; in Roheisen und Stahl für Atomreaktoren 142; in hochreinem Nickel 146; in der Nickel-Chrom-Eisenlegierung Inconel 370; im Boden 373; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12; Bestimmung von Gold neben Kobalt 168
Kobalt-58, Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277
Kobalt-60, Identifizierung 277; Nachweis in Regenwasser 276; Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277; im Hanford-Abwasser 275
Kobalthexamintrichlorid, Thoriumbestimmung mit markiertem Kobalthexamintrichlorid 454
Kobaltlegierungen, Bestimmung von Bor 285
Kobalt-Nickellegierungen, Bestimmung von Kupfer 401
Kobalton-I, zur Bestimmung von Kobalt 170
Kobaltsalze, Absorptionsspektren im Infrarot 65
Kobaltsulfat, thermische Beständigkeit 437
Kohlen, gravimetrische und volumetrische Messungen des Entgasungsverhaltens 377; Bestimmung von Gallium und Germanium 148; des Gesamtschwefels 378
Kohlenmonoxid, Bestimmung 240
Kohlenstoff, Bestimmung in Eisen und Eisenlegierungen 284; im Stahl 284; in organischen Verbindungen 224; in Brennstoffen 378
Kohlenstoff-14, zur Radiochromatographie 1; Fehler bei der Messung der Aktivität von organischen Verbindungen durch verschiedene Färbung der Probenlösungen 207
Kohlenstoff-14-markierte Verbindungen, Messung der Radioaktivität 206
Kohlenstoffstähle, Bestimmung von Arsen 140
Kohlenwasserstoffe, Gruppenanalyse mit Molekularsieb-Adsorption 226; polarographische Untersuchung ungesättigter Kohlenwasserstoffe 440; Bestimmung in Erdölfraktionen 379; Bestimmung polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe in Petroleumwachsen 294; aliphatischer Kohlenwasserstoffe in Benzol und Toluol 201; gesättigter Kohlenwasserstoffe in Tetrachlorkohlenstoff 150; Bestimmung von Wasserstoff in flüssigen Kohlenwasserstoffen 223; Bestimmung von Alkoholen als Kohlenwasserstoffe 200
Kolonnen, Berechnung der temperaturabhängigen theoretischen Bodenhöhe 437
Komplexbildner, Nomenklatur 443; Einfluß auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 116
Komponenten, Analyse flüchtiger Komponenten, die in nichtflüchtigem Medium gelöst sind 438
2-Komponentengemische, spektralphotometrische Untersuchung 436
Konjuenöle, Fettsäurezusammensetzung 298
Konzentrierte Lösungen, polarographische Untersuchung 440
Kopfschmerztabletten, Abtrennung von Ergotamin 309
Korrosionsprodukte, Bestimmung von Bestandteilen nach radioaktiver Bestrahlung 129
Kresoldialkohole, Bromaufnahme 414, 415
Kresole, Bromaufnahme 414, 415; Abtrennung 235; Bestimmung von m- und p-Kresol nebeneinander 464
o-Kresotinsäure, als Fällungsreagens für Zirkonium 216
Kriminalistisches Laboratorium, Verwendung der Gaschromatographie 240
Krypton, gaschromatographische Bestimmung 40; gaschromatographische Abtrennung 202
Kühlwasser, Bestimmung von Radiojod in Hochdruckkühlwässern von Kernreaktoren 276
Kunstdünger, Bestimmung von Phosphat und Sulfat nebeneinander 456
Kupfer, Bestimmung 91, 208, 445; Bestimmung kleiner Mengen 448; Mikrobestimmung 113; colorimetrische Bestimmung mit Tetraphenyloxalamiden 42; spektralphotometrische Be-

stimmung als Aminoessigsäurekomplex 211; chromatographische Mikrobestimmung 114; gravimetrische Bestimmung 211; komplexometrische Bestimmung 241; mit Dinatrium-Bariumäthylendiamintetraacetat 450; mit Hexacyanoferrat(II) 221; mit Methyl-2-pyridylketoxim 459; mit o-(p-Toluylsulfonamido)-anilin 42; flammenphotometrische Bestimmung in Gegenwart von Sulfat und Phosphat 198; Bestimmung in Alkohol-Wasser-Gemischen 119; in Goldproben 131; in Elektrolytgold 131; in hochreinem Aluminium 134; in Silicium 433; in hochreinem Chrom 138; in Stählen und anderen Legierungen sowie Zusätzen 401; in hochreinem Nickel 146; neben Zink und Chrom in Katalysatoren 373; Bestimmung in Titantetrachlorid 290; in Natriumtriphosphat 291; in Erzen 441; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12; auf die Kobaltstimmung 266
Kupfer-64, Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277; im Hanford-Abwasser 275
Kupfer(II), Bestimmung in Gegenwart von Metall-Ionen 241; Einfluß auf die Zirkonium-Bestimmung 257
Kupferkomplexe, Trennung von Aminosäuren 158
Kupferlegierungen, Bestimmung von Kobalt 131
Kurze Anleitung zur Maßanalyse mit besonderer Berücksichtigung der Vorschriften des DAB 6 und des Erg.-B. 6 (Medicus-Poethke) 75 [L]

Laboreinrichtung, für ultramikroanalytische Arbeitsverfahren 15
Lacton der Glucoheptonsäure, Bestimmung von Oxalsäure 383
Lactose, Bestimmung 121
Landwirtschaftliche Produkte, Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 293
Lanthan, Farbreaktion 426; Bestimmung höherer Konzentrationen 46; Bestimmung in Plutoniumlegierungen 282
Lanthan-140, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275
Lanthansulfat, thermische Beständigkeit 437
Laterite, Bestimmung von Nickel 146
Laurylammoniumchlorid, Bestimmung auf Kalisalzen 147
Lebensmittel, Bestimmung von Calcium und Magnesium 239; von Thiamin 122; von Riboflavin 122; siehe auch Nahrungsmittel
Lebergewebe, Bestimmung von 3,4-Benzpyren 314
Lecithin, Wirksamkeit 296
Legierungen, Bestimmung von Kupfer 401; von Bor 285; von Chrom ohne vorherige Abtrennung von der Matrix 142
Legierungsbestandteile, Bestimmung in nichtbestrahlten Plutoniumlegierungen 281
Legierungskomponenten, Bestimmung in Tantal 283
Lehrbuch der anorganischen Chemie (Hollemann-Wiberg) 39 [L]
Leucin, Aktivität 3; Bestimmung 158; im Blutserum 395
Lignine, Bestimmung phenolischer Hydroxylgruppen 376
Linde-Molekularsieb 5 A, zur Bestimmung von Stickstoffdioxid 54
Linienintensitäten, Anhebung in der Flamme 436
Linolensäure, Abtrennung 298
Linsen, Analyse 120
Lipoide, Trennung im Serum ohne vorherige Extraktion 313
Lipoproteine, Trennung aus dem Serum an Glaspulversäulen 313
β-Lipoproteine, Bestimmung im Blutserum 159
Liquor cerebrospinalis, Bestimmung der Gesamtphosphatide 160
Lissamin Grün, zur Anfärbung der Fraktionen im menschlichen Serum 312
Lithium, Bestimmung mit Chloranilsäure 204; flammenphotometrische Bestimmung in lithiumhaltigen Mineralien 68
Lithiumcitrat, thermische Beständigkeit 437
Lithiumphenyl, quantitative Bestimmung 321
Luft, Halbmikroanalyse 127; Bestimmung von Deuterium in Proben, die Luft enthalten 275; Bestimmung toxischer Borane 273; von kurzlebigen Uranspaltprodukten 274; von Nitrat 366; von Sauerstoff 128, 274; von Schwefelwasserstoff und Cyanid 368; von Schwefeldioxid mit p-Rosanilin und Formaldehyd 57; von Staubteilchen von Fluoriden und komplexen Fluoriden 367; von Alkohol in ausgeatmeter Luft 240; von

Toluol- und Styroldämpfen 128; Nachweis mehrkerniger Diarylketone 128
Luminal, Bestimmung neben Diprophyllin 386
Lungen, Bestimmung von 3,4-Benzpyren in Anthracose-Lungen 314
Lupine, Bestimmung 120
Lutidin, Bestimmung 149
Lymphknoten, Bestimmung von 3,4-Benzpyren 314
Lysin, Bestimmung 158; Trennung von seinem Kupferkomplex 158; Bestimmung im Blutserum 395; Bestimmung der ε-Aminogruppen 397;

Mäusemastzellentumorheparin, Abtrennung 399
Magnesit, Bestimmung von Calcium und Magnesium 72
Magnesium, Bestimmung 209; mit Chloranilsäure 204; flammenphotometrische Bestimmung in Gegenwart von Sulfat und Phosphat 198; Abtrennung von Mangan 457; Bestimmung in Lebensmitteln 239; in Silicium 433; in Zirkoniumlegierungen 137; in Wismut-Metallegierungen 283; in Eisenerzen, Schlacken und feuerfesten Stoffen 72; in Bodenextrakten 372; in Pflanzen 374; in Magnesiumfluoridschlacke 288; in Serum, Vollblut, Erythrocyten und Harn 154; im Urin 154; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Kupfer(II) und Eisen(III) neben Magnesium 243; von Calcium neben viel Magnesium 44
Magnesiumfluoridschlacke, Analyse 288
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Aluminium 278; komplexometrische Bestimmung von Thorium und Zirkonium 133
Magnesiumoxinat, Extrahierbarkeit 451
Magnesiumsulfat, thermische Beständigkeit 437; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12
Magnetit, Bestimmung von Vanadium 56
Magnetlegierungen, Bestimmung von Aluminium 144
Makroglobulin, Anfärbbarkeit 312
Maleinsäureanhydrid-Addukte, Analyse 298
Malonsäure, thermische Beständigkeit 437
Maltodextrine, Analyse 234
Mangan, Bestimmung 91; polarographische Bestimmung 63; Abtrennung von Calcium und Magnesium 457; Trennung von Titan durch Ionenaustauschchromatographie 53; flammenphotometrische Bestimmung in Gegenwart von Sulfat und Phosphat 198; Bestimmung in hochreinem Nickel 146; in Erzen, Roheisen, Stahl und Ferromangan 139; in Natriumtriphosphat 291; in Titantetrachlorid 290; Bestimmung von Kupfer(II) und Eisen(III) neben Mangan 243; von Gold neben Mangan 168; von Kobalt 144
Mangan-54 und -56, Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277
Mangan(II)-ionen, Austauscherverhalten 457
Mannit, R_f-Wert 237; zur Bestimmung von Borsäure durch optische Drehung 213
Maßanalyse, Anleitung zur Maßanalyse mit besonderer Berücksichtigung der Vorschriften des DAB 6 und des Erg.-B. 6 (Medicus-Poethke) 75 [L]
Massenspektrometrie, in der analytischen Chemie 197
Medikamente, Bestimmung von Chinin 79
Melamin, derivative Potentiometrie 296
Melamin-Formaldehydkunstharze, Bestimmung von Melamin und Ammelin 296
Menschen, Bestimmung von Plasma-Aminosäuren bei gesunden Versuchspersonen 394
Menthole, Trennung stereoisomerer Menthole 237
Mercaptane, Nachweis 460
2-Mercapto-4,5-dimethylthiazol, zur photometrischen Palladiumbestimmung 65
1,3-bis-[8′-Mercaptotheophyllinyl-(7′)]-propan, zum Nachweis von Wismut 55
2-Mercaptothiazolidinäther, Bestimmung 200
Mercaptoverbindungen, indirekte Bestimmung 207
Mercurimetrie, indirekte mercurimetrische Bestimmungen 442
Meso-Inosit, R_f-Wert 237
Meßfehler, in der chemischen Analyse 443
Meßzellen, für dielektrische Werkstoffprüfung 210
Metallaufschluß, zur Halogenbestimmung in organischen Verbindungen 225

Metallbeizen, Bestimmung der freien Säure 75
Metalle, Erfassung der Gase 369; Abtrennung von Zink 44; Bestimmung von Arsen 139
Metallionen, Bestimmung von Kupfer(II) und Eisen(III) 241
Metallkomplexe, Bestimmung von Cyanid und Thiocyanat 215
Metanephrin, Nachweis im Harn 156
Meteorite, Bestimmung von kleinen Mengen Blei 67
Methacrylnitril, Abtrennung 232
Methadon, Bestimmung 76
Methämoglobin, Bestimmung im Blut 399
Methamphetamin, Nachweis 76
Methan, gaschromatographische Abtrennung 202; Bestimmung in Mischungen mit Wasserstoff 274
Methanol, Bestimmung 227, 240
Methionin, Aktivität 3; Aktivitätskurve einer ^{35}S-Methioninprobe 2; Bestimmung 158; durch die Reaktion von Natriumazid und Jod 396; Bestimmung im Blutserum 395
Methoxybenzalsemicarbazone, Bestimmung 230
p-Methoxyphenylquecksilberbromid, R_f-Wert 422
Methyläthylpyridine, Bestimmung 149
Methylbenzoate, Massenspektren 237
3-Methylcarbolin, Untersuchung mit Kalignost 444
Methylchlorphenoxyessigsäure, Analyse 151
Methylcinnamate, Massenspektren 237
Methylcyclohexan, Bestimmung in Benzol 150
Methylenblau, Reagens auf Sauerstoff in Gasen 275; zur Bestimmung von Sulfat 218
Methylester von Fettsäuren, gaschromatographische Untersuchung 203; Bestimmung 233
Methylester von gesättigten Fettsäuren, Untersuchung 234
5-Methyl-1,10-phenanthrolin, Reagens zur Trennung von Osmium und Ruthenium 222
p-Methylphenylquecksilberbromid, R_f-Wert 422
Methylphthalate, Massenspektren 237
6α-Methylprednisolon, Identifizierung 79
Methyl-2-pyridylketoxim, zur Bestimmung von Eisen und Kupfer 459
Methylquecksilberbromid, R_f-Wert 422
Methylsalicylate, Massenspektren 237
Methylsalicylsäure, zur Fällung von Zirkonium 216
Methylsulfonate, Herstellung zur Trennung von Sulfonsäuren 463
Methylumbelliferon, Indicator bei der Bestimmung der Säure- und Verseifungszahl von Wachsen 152
Mikroanalyse, unbewegliche Quecksilberelektrode für Bestimmungen 210
Milch, Bestimmung von Strontium-90 391; des Fettgehaltes 121; von Fluroral und Uranin 121
Milchpulver, Bestimmung von Strontium 370
Mineralien, flammenphotometrische Bestimmung von Lithium 68; Bestimmung von Strontium 370; von Barium neben Calcium und Strontium 287; von Thorium 371; von Uran 371; von Kieselsäure 288; von Sauerstoff 67
Mineralöl, stationäre Phase bei der gaschromatographischen Trennung von Pyridinderivaten 202
Mischmetall, Bestimmung von Kobalt 144
Mohnkapseln, Bestimmung von Morphin 387
Molekularsieb-Adsorption, zur Kohlenwasserstoffgruppenanalyse 226
Molybdän, polarographisches Verhalten der Heteropolysäuren 343; Bestimmung 59; colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen nach dem Rhodanidverfahren 10; Bestimmung mit Solochrom Violett R.S. 96; Bestimmung neben Wolfram ohne vorherige Trennung 60; Bestimmung in Uran und Uranoxid 281; in Plutoniumlegierungen 282; in Tantal 283; in Titantetrachlorid 290; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 199; auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Thorium 139; von Kobalt 144
Molybdän(VI), Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 257
Molybdänblau, zur Bestimmung von Phosphat in Silicaten 69
Molybdänblauverfahren, zur Bestimmung von Arsen in Gußeisen und Kohlenstoffstählen 140
Molybdän-Uranlegierungen, Bestimmung von Palladium 136
Molybdat, zur photometrischen Bestimmung von Kieselsäure 216
Molybdatoarsensäure, Bestimmung 350
Molybdatogermaniumsäure, Bestimmung 347, 350
Molybdatokieselsäure, zur Bestimmung der wasserlöslichen Kieselsäure 51; Bestimmung 347

Molybdatophosphorsäure, Bestimmung 347, 350
Molybdatosäuren von Si, Ge, P und As, Bestimmung durch Titration mit Nitron 343
Monazitkonzentrate, Bestimmung von Thorium 69
Monoäthanolamine, Untersuchung mit Kalignost 444
Monoaminoxydase, spektralphotometrische Bestimmung 400
Monohydroxyäthyl-trihydroxypropyl-äthylendiamin, stationäre Phase bei der gaschromatographischen Trennung von Pyridinderivaten 202
Monohydroxyphenyläthanolamin, Nachweis im Harn 156
Monomethyl-bis-(hydroxymethyl)-aminomethan, zur Bestimmung von Chlorid 62
Monomethylthionin, zur Bestimmung von Bor 45
Morin, zur Mikrobestimmung von Beryllium 43
Morphin, Untersuchung mit Kalignost 444; Bestimmung in Mohnkapseln 387; im Opium 387; Abtrennung und Reinigung aus Opium 308
MP-1, Bestimmung 398
Mucoide, Bestimmung im Serum 398
Muco-Inosit, R_f-Wert 237
Mucopolysaccharide, Abtrennung von Heparin 399
Mucoprotein, Bestimmung 398
Murexid, Indicator zur Calciumbestimmung 43; zum Nachweis von Arzneimitteln 76
Mutterkornalkaloide, Bestimmung in der Droge 388
Myelomaprotein, Anfärbbarkeit 312
Myricetin-3-glucosid, R_f-Wert 163
Myricetin-3-rhamnoglucosid-7-rhamnosid, R_f-Wert 163
Myricetin-3-rhamnosid, R_f-Wert 163
Myricitrin, R_f-Wert 164

Nahrungsmittel, Bestimmung von Piperazin 118; siehe auch Lebensmittel
Naphthole, Fluorescenzindicatoren bei der Bestimmung von Säure- und Verseifungszahl von Wachsen 152
β-Naphthol-6-sulfonsaures Natrium, Indicator bei der Bestimmung von Säure- und Verseifungszahl von Wachsen 152
1-Naphthoylpyren, Nachweis in der Luft 128
N,N'-Di-2-naphthyl-p-phenylendiamin, zum Nachweis von Gold(III) 42
Naringenin, Reaktion mit Germanium 455
Natrium, Bestimmung mit Chloranilsäure 204; Bestimmung neben Kalium 447; Bestimmung in Bodenextrakten 372; in Titanweiß 291; in biologischen Flüssigkeiten 390; im Serum 153; Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 277
Natriumaluminat, Analyse eines Gemisches mit Natronlauge 290
Natriumanilin-N-glucopyranosiduronat, Nachweis im Urin 316
Natriumazid, zur Bestimmung von Eisen 458; von Schwefelkohlenstoff 463; Reaktion mit Cystein und Cystin 395; zur Methioninbestimmung 396
Natriumchlorid, Bestimmung neben Theophyllin 79
Natriumchloridkristalle, Bestimmung von Barium und Strontium 292
Natriumcitrat, Einfluß auf die Kobaltbestimmung 267
Natriumcroconat, R_f-Wert 237
Natriumhydroxid, Bestimmung in Natriumhypochlorit 291
Natriumhypochlorit, Bestimmung von Natriumhydroxid 291
Natriumhypophosphit, Identifizierung der Pyrolyseprodukte 217
Natriumionenkonzentration, Bestimmung in Bodenlösungen 371
Natrium-1,2-naphthochinon-4-sulfonat, zum Fluorescenznachweis von Aminosäuren 157
Natriumrhodizonat, Reaktionen 446; R_f-Wert 237
Natriumsalicylat, Bestimmung von Theophyllin 80
Natriumtetraphenyloborat, analytische Anwendungen 444; zum Nachweis von Arzneimitteln 76
Natriumtriphosphat, Bestimmung von Ni, Cu und Mn 291
4-Natrium-Uranylcarbonate, thermischer Zerfall 454
Natronlauge, Analyse eines Gemisches mit Natriumaluminat 290; Bestimmung von Quecksilber in technischer Natronlauge 146
Neocuproin, zur Bestimmung von Kupfer in Gold 131
Neodym, Farbreaktion 426; Bestimmung höherer Konzentrationen 46; Abtrennung 46
Nephramid, Nachweis 383
Neptunium, coulometrische Bestimmung mit Potentialkontrolle 215

Neptunium-237, Bestimmung in Uran-Spaltprodukten 136
Neptunium-239, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275
Neuraminsäure, Bestimmung 398
Nichtflüchtiges Medium, gaschromatographische Analyse gelöster flüchtiger Komponenten 438
Nichtmetalle, colorimetrische Bestimmung (Boltz, D. F.) 39 [L]
Nicht-Newtonsche Flüssigkeiten, Viscositätsmessung 443
Nickel, Fällung als Dimethylglyoximat 222; Bestimmung 65, 208, 209; chromatographische Mikrobestimmung 114; gravimetrische Bestimmung 211; Bestimmung im Silicium 433; im Stahl 222; geochemische Bestimmung 146; Bestimmung im Boden 373; in Natriumtriphosphat 291; in Erdölprodukten 379; von Spuren in Öl 148; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 199; auf die Kobaltbestimmung 267; Analyse von hochreinem Nickel für die Halbleiterindustrie 145; Bestimmung von Gold neben Nickel 168; von Kobalt in Reinnickel 144
Nickel-65, Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277
Nickel(II), Bestimmung 445
Nickel-Chrom-Eisenlegierungen, Bestimmung von Kobalt 370
Nickel-Kobaltlegierungen, Bestimmung von Kupfer 401
Nickellegierungen, Bestimmung von Bor 285; von Kobalt 144
Nickelsalze, Absorptionsspektren im Infrarot 65
Nicotin, Bestimmung in Tabakblättern 307
Niob, Abtrennung von anderen Ionen 56; von Tantal 117; Bestimmung in Plutoniumlegierungen 282; in Tantal 283; in Titanerzen und -pigmenten 70; Bestimmung von Kobalt 144
Niob-95, Bestimmung 206; Identifizierung im Regenwasser 276; radiochemische Abtrennung durch Extraktion 53
Niob(V), Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 257
m-Nitranilin, Nachweis in der Tüpfelanalyse 13
Nitrate, UV-Spektren 57; Bestimmung kleiner Mengen in Luft und Wasser 366; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12
Nitratocerat, zur Oxydation von Jodid 359
Nitrile, Trennung 232
Nitrite, Bestimmung 442; in kleinen Mengen 456; papierchromatographischer Nachweis in medizinisch-rechtlichen Fällen 37
Nitrobenzalsemicarbazone, Bestimmung 230
4″-Nitrobenzol-1″,4-diazoamino-1,1′-azobenzol-2″-arsono-4′-sulfonsäure, Farbreagens auf Blei 52
p-Nitrobenzoldiazoniumfluoborat, zur Bestimmung der Phenole und Kresole nebeneinander 464
Nitrocyclohexan, polarographische Bestimmung 295
Nitrogruppen, Reduktion aromatischer Nitrogruppen 235
Nitron, zur amperometrischen Bestimmung der Molybdatosäuren von Si, Ge, P und As 343
Nitrophenole, Abtrennung 235
bis-(p-Nitrophenyl)-disulfid, zur Bestimmung von Glutathion 159
p-Nitrophenylhydrazon des Diacetylmonoxims, zur Bestimmung von Kobalt 170
2-Nitroso-1-naphthol-Lösung, zur Bestimmung von Palladium in Legierungen 136
Nitroso-SNADNS-4, zur Bestimmung von Thorium 213
Nitroverbindungen, Festlegung der NO_2-Deformationsfrequenz aromatischer Nitroverbindungen mit Hilfe der Hammett-Gleichung 81
NO_2-Deformationsfrequenz, Festlegung in aromatischen Nitroverbindungen 81
Normetanephrin, Nachweis im Harn 156
Nornicotin, Bestimmung in Tabakblättern 307
NTP-Test, zum Austesten der Glucocorticoidpräparate 78
Nucleoside, chromatographische Abtrennung 318
Nucleotide, Chromatographie an Aktivkohle 318
Nuklide, Analyse von Nuklidgemischen 206; Konzentrierung radioaktiver Nuklide im Wasser 276

Oberflächenaktive Substanzen, Bestimmung auf Kalisalzen 147
n-Octacosan, gaschromatographische Abtrennung 202
Octadecanol, gaschromatographische Abtrennung 202
Octahydro-1,3,5,7-tetranitro-s-tetrazin, Bestimmung 238

Octoil, stationäre Phase bei der gaschromatographischen Trennung von Pyridinderivaten 202
Octylphenoxyäthanolverbindungen, Bestimmung in Benzin 293
Öle, Bestimmung von Additiven in Schmierölen 293; von Vanadium-, Eisen- und Nickelspuren 148
Ölrückstände, Bestimmung kleiner Mengen Vanadium 381
Ölsäure, Abtrennung 298
Ölsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 202
Oiticicaöl, Untersuchung der Fettsäuren 298
Olefine, Analyse von Alkoholen als Olefine 200
Olefinische Bindungen, spezifischer Nachweis 226
Oligosaccharide, Analyse 234
Opium, Bestimmung von Morphin 387; Abtrennung und Reinigung von Morphin 308
Opiumalkaloide, Untersuchung mit Kalignost 444
Organisch-chemisches Laboratorium, Anwendungsmöglichkeiten der Gaschromatographie 199
Organische Basen, Untersuchung mit Kalignost 444; Bestimmung der Sulfate 79
Organische Chemie, Anwendung der Polarographie 440
Organische Säuren, Nachweis 462; gaschromatographische Trennung in Gegenwart von Wasser 232; Bestimmung zweibasischer und einbasischer organischer Säuren 462
Organische Verbindungen, Bildung von Komplexen 208; Messung der Radioaktivität von nichtflüchtigen ^{14}C-markierten Verbindungen 206; gaschromatographische Trennung fester organischer Verbindungen unter ihrem Siedepunkt 202; Identifizierung durch Gaschromatographie 459; Bestimmung von Acetylgruppen bei der Strukturaufklärung 460; Bestimmung in Industrieabwässern 220; Bestimmung von Kohlenstoff 224; von Arsen und Antimon 382; von Selen in mineralisierten organischen Substanzen 117; von Halogen 225; Nachweis von Jod 225
Organophosphorverbindungen, Analyse 230
Ornithin, Trennung von seinem Kupferkomplex 158; Bestimmung im Blutserum 395
Orosomucoid, Bestimmung 398
Orpidan, Nachweis 383
Osmium, Bestimmung von Ruthenium neben Osmium 222
Oxalat, zur Calciumbestimmung neben Aluminium und Eisen 44
Oxalsäure, zur Bestimmung von Thorium 205; Bestimmung im Lacton der Glucoheptonsäure 383; Einfluß auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 116
Oxime, polarographische Untersuchung 440
3-Oximino-methyl-salicylsäure, zur Bestimmung von Kupfer und Nickel 211; zur spektralphotometrischen Bestimmung von Uran 47
Oxin, zur Bestimmung von Mikromengen Uran 214
Oxinatkomplex, zur Extraktion von Silber 448
Oxydationsprozeß, Kontrolle in Isopropylbenzol 151
Oxymethylanthrachinone, Bestimmung neben Phenolphthalein 305

Palladium, Bestimmung mit 2-Mercapto-4,5-dimethylthiazol 65; Bestimmung neben Platin und Gold 66; in Zink und Cadmium 137; in Legierungen des Urans mit Spaltelementen 136; Bestimmung von Gold neben Palladium 168
PAN, bei der Bestimmung von Wolfram und Molybdän nebeneinander 60
Papaverin, Untersuchung mit Kalignost 444; Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 387
Papaverinsulfat, Bestimmung 79
Papier, Ausnutzung des Ionenaustauschvermögens von Papier zur Cd-In-Trennung 115
Papierchromatogramme, Auswertung durch Röntgenfluorescenzanalyse 440
Papierchromatographie, in der Pflanzenchemie 298; Radiochromatographie mit schwachen β-Strahlern 1
Papierionophorese, in Lösungen organischer Puffersubstanzen hoher Ionenstärke 204
PAR, bei der Bestimmung von Wolfram und Molybdän nebeneinander 60
Paraffine, gaschromatographische Untersuchung von n-Paraffinen 200
Parephedrin, Nachweis 76
Parinariumanamenseöl, Untersuchung der Fettsäuren 298
α-Parinarsäure, Abtrennung 298

Peche, Bestimmung von Säure- und Verseifungszahlen 152
Penicillin G, Bildung von Komplexen 208
Peptide, Untersuchung 158; ionophoretische Trennung 204; Titration von Aminosäuren oder Aminogruppen 157; Bestimmung der N-endständigen Aminosäuren 394
Permanganat, zur Bestimmung von dreiwertigem Cer 244; zur Titration von Tellurit 58
Pesticide, Analyse (Ministry of Agric. Fisheries and Food) 127 [L]
Pethidin, Bestimmung 76
Petroleumdestillate, Bestimmung der Zahl und Stellung der Substituenten am Benzolring 149
Petroleumwachse, Bestimmung polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe 294
Pflanzen, Bestimmung von Magnesium 374; von Strontium-90 391
Pflanzenanalyse, nach der Ameisensäuremethode 119
Pflanzenchemie, analytische und präparative Methoden 298
Pflanzenextrakte, Bestimmung von Chlorophyll und Phäophytin 148
Pflanzenmaterial, Bestimmung von Strontium 370; des Gesamtschwefels 375
Pflanzenöle, Analyse mit Hilfe radioaktiver Isotope 297
Phäophytin, Bestimmung in Pflanzenextrakten 148
Pharmaceutica, Titration schwacher Säuren 302; Prüfung auf Sulfat 382; Bestimmung von Barbitursäurederivaten 302; von Frangula-Oxymethylanthrachinonen neben Phenolphthalein in flüssigen pharmazeutischen Präparaten 305; von Eugenol 303; von Papaverin 387
Pharmazeutische Analyse, neue Richtungen 76
Phasen, IR-Absorptionsmessungen adsorbierter Phasen an pulverisierten Festkörpern 437
Phenacetin, Bestimmung 78; in Tabletten neben Coffein oder Acetylsalicylsäure 386; in Gewebe und biologischem Material 317
Phenergan, Bestimmung 384
Phenmetrazin, Nachweis 76
Phenobarbital, Bestimmung 78
Phenol, Bromaufnahme 409, 415; Abtrennung 235; Bestimmung in sulfidhaltigen Abwässern 130
Phenolalkohole, Bromaufnahme 409
Phenolderivate, Trennung 235
Phenole, stabilisierte Diazosalze als Sprühreagentien 235
Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukte, Bromaufnahme 409, 415
Phenolische Hydroxylgruppen, Bestimmung in Ligninen 376
Phenolische Verbindungen, Bestimmung in Abwässern 130
Phenolöl, Bestimmung von Brenzcatechin und seinen Derivaten 149
Phenolphthalein, Bestimmung 78; Bestimmung von Frangula-Oxymethylanthrachinonen neben Phenolphthalein in pharmazeutischen Präparaten 305
Phenothiazinderivate, Klassifizierung arzneilich verwendeter Phenothiazinderivate 385
2-Phenoxychinizarin-3,4′-disulfonsäure, zur Bestimmung von Beryllium 43
Phenyläthylbarbitursäure, Bestimmung neben Diprophyllin 386
3-Phenyl-3-äthyl-2,6-dioxopiperidin, Einfluß auf den Barbituratnachweis 384
β-Phenyläthylformiate, Massenspektren 237
Phenylalanin, Aktivität 3; Bestimmung 158, 395; im Blutserum 395
Phenylfluoron-Thoriumkomplex, zur Bestimmung von Fluorid in Wasser 129
Phenylhydrazinhydrochlorid, Bestimmung 230
Phenylpropanolamin, Nachweis 76
Phenyl-α-pyridylketoxim, zum Tüpfelnachweis von Eisen 64
Phenylquecksilberbromid, R_f-Wert 422
Phenylquecksilber(II)-verbindungen, Bestimmung in Farben 193
Phenylsemicarbazid, zur Bestimmung von Quecksilber 452
4-Phenylsemicarbazidhydrochlorid, Bestimmung 230
Phosphat, Bestimmung in Silicaten als Molybdänblau 69; Bestimmung in Düngemitteln 74; neben Sulfat in Kunstdünger 456; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung verschiedener Elemente 198; auf die Zirkoniumbestimmung 257; auf die Molybdänbestimmung 12
Phosphatase, Bestimmung „alkalischer" Phosphatase 320
Phosphatide, Nachweis in Säugetierzellen 314; Bestimmung in Cerebrospinalflüssigkeit 160; Abtrennung serinhaltiger Phosphatide aus Rattenhirn 393

Phospholipide, Abtrennung 313
Phosphor, Bestimmung 343; Trennung von Wolfram 186; Bestimmung in Ferromangan, Ferromolybdän und Ferrovanadin 143; in niob- und tantalhaltigen Stählen 139; in wolframhaltigen Stählen 184; in Schmierölen 293
Phosphor-32, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275
Phosphorsäure, Bestimmung im Boden 74; der assimilierbaren Phosphorsäure im Boden 372
o-Phthalsäure, thermische Beständigkeit 437
Phthalsäureanhydrid, thermische Beständigkeit 437
Physcion, Identifizierung 304; Bestimmung 305
Physeptone, Bestimmung 76
Physikalisch-chemische Untersuchungsmethoden, im Apothekenlabor 299
Physikalische Konstanten und Struktur (Waterman) 127 [L]
Physikalische Methoden, in der analytischen Chemie 197
Pikrinsäure, Nachweis der S-Alkyl-N-phenylthiuronium-Salze 78
Pikrolonsäure, Bestimmung der S-Alkyl-N-phenylthiuronium-Salze 78
Pillen, Bestimmung von Chloramphenicol 307
Piperazin, Bestimmung 238; gaschromatographische Abtrennung aus Mischungen mit Äthylendiamin 428; Bestimmung in Nahrungsmitteln 118
Piperonylbutoxid, Bestimmung in technischen Proben und Piperonylbutoxid-Pyrethrum-Mustern 384
Piperonylbutoxid-Pyrethrum-Musterproben, Bestimmung von Piperonylbutoxid 384
Placidyl, Bestimmung 240
Plasma, Bestimmung von Gold 390; Bestimmung von 21 Aminosäuren bei gesunden Versuchspersonen 394; von Glucose 398; von Thyroxin 159; Nachweis von tritium-markiertem Tetracyclin 310
Platin, Bestimmung neben Palladium und Gold 66; Bestimmung von Gold neben Platin 168; kleiner Iridiumgehalte 287
Platinchlorwasserstoffsäure, zum Nachweis von Arzneimitteln 76
Plutonium, röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung 49; potentiometrische Bestimmung im Mikrogrammaßstab 84; Titrationsapparatur für coulometrische Redox-Titrationen 50; amperometrische Bestimmung im Mikrogramm-Maßstab 19; oxydimetrische Bestimmung von metallischem Plutonium 50; Abtrennung durch Lösungsmittelextraktion 214; Bestimmung in Uran-Brennstofflösungen 281; in U-Pu-Legierungen 136; Bestimmung von Americium in bestrahltem Plutonium mit Hilfe der α-Aktivität 50
Plutonium(IV), komplexometrische Bestimmung mit Arsenazo I 50
Plutoniumkernbrennstoffe, Untersuchung des Tantals im Behältermaterial 283
Plutoniumlegierungen, Bestimmung von Legierungsbestandteilen und Spaltprodukten 281
Plutonium-Uran-Legierungen, Bestimmung von U und Pu 136
Polamidon, Bestimmung 76
Polarisationsspannungstitration, Anwendung im Eisenhüttenlaboratorium 139
Polarographie, an festen, rotierenden Elektroden in Salzschmelzen 205; Reinigung von Tetrabutylammoniumjodid als Grundelektrolyt 441; Anwendung in der organischen Chemie 440; zur Beobachtung von serochemischen Subfraktionierungen 389
Polonium, Abtrennung von Se, Te, RaD und RaE 58; Bestimmung in Wismut-Metallegierungen 283
Polonium-208, Extraktion aus Wismut-Target-Lösungen 75
Polyäthylenglykole, Bestimmung in Äthylenoxidkondensaten 152
Polyäthylenglykol-goldchlorid, zur Extraktion von Gold 166
Polyamide, Unterscheidung der Glykosidtypen von Flavonolen durch Chromatographie an Polyamiden 161
Polyribonucleotide, Nachweis der Endnucleoside 318
Pomaden, Bestimmung von Chloramphenicol 307
Potentiometrische Titrationen, in der wasserfreien Cerimetrie 358
Poteriochromonas stipitata Scherffel, zur Bestimmung von Vitamin B_{12} 240
Präparate, Bestimmung von Reserpin 388
Praseodym, Bestimmung höherer Konzentrationen 46
Praseodym-144, Identifizierung im Regenwasser 276
Prednisolon, Identifizierung 79

Prednison, Identifizierung 79
Primulaceen, Unterscheidung der Glykosidtypen von Flavonolen 161
Probenmenge, Absinken der Trennwirksamkeit von gaschromatographischen Säulen mit steigender Probenmenge 199
Procain, Untersuchung mit Kalignost 444
Procainhydrochlorid, Untersuchung mit Kalignost 444
Prolin, Aktivität 5; Bestimmung 158; im Blutserum 395
Promethium, Abtrennung 46
Propen, Nachweis 227
Propionitril, Abtrennung 232
Propionsäure, Nachweis 462
n-Propylquecksilberbromid, R_f-Wert 422
Protactinium, Trennung von Thorium 49
Proteide, Untersuchung 158
Proteine, ionophoretische Trennung 204; Bestimmung in landwirtschaftlichen Produkten 293; in Pflanzen 120; Einfluß auf die Calciumbestimmung 198; Titration von Aminosäuren oder Aminogruppen 157
Proteinhydrolysate, vollautomatische Bestimmung von Aminosäuren 157
Prothrombinaktivität, Bestimmung im Blut 320
Pseudoephedrin, Nachweis 76
Puffersubstanzen, Papierionophorese in Lösungen organischer Puffersubstanzen hoher Ionenstärke 204
Purine, chromatographische Abtrennung 318
Pyrethrum-Proben, Bestimmung von Piperonylbutoxid in Musterproben 384
Pyridinderivate, Abtrennung 237; gasverteilungschromatographische Trennung 202
Pyridin-2,6-dicarbonsäure, zur Bestimmung mittlerer Kobaltgehalte 259
-1(2-Pyridylazo)-2-naphthol, zur Bestimmung von Wolfram und Molybdän nebeneinander 60; Reaktion mit Thallium 51
Pyridylazoresorcin, zur Bestimmung von Thallium 51; zur Bestimmung von Wolfram und Molybdän nebeneinander 60
4-(2-Pyridylazo)-resorcinmononatrium, zur Bestimmung von Aluminium in Arzneipräparaten 299
Pyridylsubstituierte s-Triazine, zur Bestimmung von Eisen 65
Pyrimidine, chromatographische Abtrennung 318
Pyrogallolmethode, zur Trennung von Nb, Ta, Ti und Zr 56

Quecksilber, Bestimmung 91, 445; photometrische Bestimmung 452; spektralphotometrische Bestimmung von Mikrogrammengen 212; mercurimetrische Bestimmung 442; Bestimmung mit Kaliumantimonyltartrat 452; mit Phenylsemicarbazid 452; Bestimmung in Reinstselen 138; in Farben 193; in Salzsole, Ätznatron oder technischer Natronlauge 146; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Kupfer(II) und Eisen(III) neben Quecksilber 243
Quecksilberbromid, R_f-Wert 422
Quecksilberelektrode, für mikroanalytische Bestimmungen 210
Quecksilberorganische Verbindungen, analytische Trennung 421
Quercetin-3-glucosid, R_f-Wert 163
Quercetin-3-rhamnoglucosid, R_f-Wert 163
Quercetin-3-rhamnoglucosid-7-rhamnosid, R_f-Wert 163
Quercetin-3-rhamnosid, R_f-Wert 163
Quercetrin, R_f-Wert 164

Radioaktive Isotope, zur Analyse von Pflanzenölen 297
Radioaktive Spaltprodukte, Bestimmung in Wasser 129
Radiochemische Analysen, Berechnung und Messungen 441
Radiochromatographie, mit schwachen β-Strahlern 1
Radiosäulenchromatographie, mit Hilfe des Flüssigkeits-Scintillations-Spektrometers 1
Radium-D, Abtrennung von Polonium 58
Radium-E, Abtrennung von Polonium 58
Radix Heraclei spondylii, Nachweis in Radix Pimpinellae DAB 6 299
Radix Pimpinellae, Nachweis einer Verfälschung 299
Ramanspektroskopie, in der analytischen Chemie 197
Ranunculaceen, Unterscheidung der Glykosidtypen von Flavonolen 161
Raps, Analyse 120
Rattenheparin, Abtrennung 399
Rattenhirn, Abtrennung serinhaltiger Phosphatide 393

Rauch, Bestimmung von Carbonylverbindungen im Rauch von Zigarrentabak 231
Rauschgifte, Bestimmung von Amphetamin 80
Reaktionsprodukte, gefärbte Reaktionsprodukte bei Ausführung von Tüpfelproben 442
Reaktorbrennstoff, Analyse aus Wismut-Metallegierungen 283
Redox-Titration, Titrationsapparatur zur Bestimmung von Plutonium 50
Regenwasser, Nachweis von Kobalt-60 und Zink-65 276
Reinnickel, Bestimmung von Kobalt 144
Reinstselen, Bestimmung verschiedener Elemente durch Neutronenaktivierung 138
Reserpin, Bestimmung in reinen Präparaten und Tabletten 388
Rhabarber, Bestimmung der Anthrachinone 304; Identifizierung glykosidisch gebundener Anthrachinone 304
Rhabarber-Anthrachinone, Auftrennung nach verschiedenen Methoden 304
Rhein, Identifizierung 304; Bestimmung 305
Rheinanthranol, Bestimmung 305
Rheumemodin, Identifizierung 304
Rheum palmatum L., Bestimmung der Anthrachinone 304
Rhodanid, zur Bestimmung von Wolfram 59; Titration mit Hypobromitlösung 218; Bestimmung in Metallkomplexen 215
Rhodanidverfahren, zur Bestimmung kleiner Molybdänmengen 10
Rhodium, spektralanalytische Bestimmung der Beimengungen 286; Bestimmung von Gold neben Rhodium 168
Rhodium-Uranlegierungen, Bestimmung von Palladium 137
Riboflavin, Bestimmung in Lebensmitteln 122
Rinderheparin, Abtrennung 399
Robinin, R_f-Wert 164
Röntgenanalyse, in der analytischen Chemie 197
Röntgenfluorescenzanalyse, zur Auswertung von Papierchromatogrammen 440
Röntgenstrahlen, Anwendung der Absorptionskante von Elementen bei Bestrahlung mit Röntgenstrahlen 198
Roggenmehl, Bestimmung 120
Roggenvollkornmehl, Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 295
Roheisen, Bestimmung von Zinn 139; von Chrom und Vanadium 139; von Mangan 139; von Kobalt 142
p-Rosanilin, zur Bestimmung von Schwefeldioxid in der Luft 57
Ruthenium, Bestimmung neben Osmium 222; Bestimmung in Plutoniumlegierungen 282
Ruthenium-103/106, Identifizierung im Regenwasser 276
Ruthenium-106, Bestimmung 206
Ruthenium-Uranlegierungen, Bestimmung von Palladium 136
Rutin, R_f-Wert 164

Saccharose, Bestimmung 121
Säugetierzellen, Nachweis von Phosphatiden 314
Säulenchromatographie, in der Pflanzenchemie 298; Radiosäulenchromatographie mit Hilfe des Flüssigkeitsscintillations-Spektrometers 1; Prinzip, Bau und Arbeitsweise eines Fraktionssammlers 199
Säurealizarinschwarz SN, bei der ÄDTA-Titration von Calcium 209
Säure-Basen-Titrationen, Endpunktsbestimmung durch Hochfrequenztitrimetrie 205
Säurechloride, Herstellung 463
Säurekomponenten von Alkaloidsalzen, Titration 302
Säuren, polarographische Untersuchung 440; Bestimmung freier Säure in Uranylsulfatlösungen 205; Bestimmung in Metallbeizen 75; Titration schwacher Säuren 302; Nachweis höherer organischer Säuren 462; Trennung organischer Säuren in Gegenwart von Wasser 232; Abtrennung von gesättigten Fettsäuren 298
Säurezahl, Bestimmung in emulgierenden Alkoholen, Wollwachsalkoholen und flüssigem Wachs 76; in Wachsen 152
Saligenin, Bromaufnahme 414, 415
Salireton, Bromaufnahme 414, 415
Salophen, Bestimmung 78
Salpetrige Säure, Analyse von Alkoholen als Ester der salpetrigen Säure 200
Salunil, Nachweis 383
Salz, Bestimmung von Kaliumjodid in Vollsalz 121
Salzschmelzen, Polarographie an festen, rotierenden Elektroden in Salzschmelzen 205

Salzsole, Bestimmung von Quecksilber 146
Samarium, Abtrennung 46
Sauerstoff, Bestimmung in der Luft 128, 274; Abtrennung und Bestimmung in Gasgemischen 129, 275; Bestimmung in Natrium 277; in Titan und Stahl 137; in Mineralien 67; im Blut 391
Sauteralgyl, Bestimmung 76
Scandium, Farbreaktion 426
Scandium-46, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275
Schaflungenheparin, Abtrennung 399
Schiefer, Bestimmung der assimilierbaren Phosphorsäure in phosphorarmem Schiefer 372
Schlacken, Bestimmung von Ca und Mg 72; von Chrom und Vanadium 139; Untersuchung der Magnesiumfluoridschlacke bei der Urangewinnung 288
Schmieröle, Bestimmung von Additiven 293
Schüttgüter, Bestimmung von Feuchtigkeit 289
Schwefel, Bestimmung in Eisen und Stahl 141; des Gesamtschwefels in Pflanzenmaterial 375; Bestimmung in Brennstoffen 378; des Gesamtschwefels in Kohlen 378; in Heizölen, die in der Stahlindustrie verwendet werden 294; im Stadtgas und ähnlichen Gasen nach der Verbrennungsmethode 368; im Serum 155
Schwefel-35, zur Radiochromatographie 1
Schwefeldioxid, Bestimmung mit p-Rosanilin und Formaldehyd 57
Schwefelkohlenstoff, Bestimmung 240; auf Grund der Umsetzung von Natriumazid mit Jod 463; in Tetrachlorkohlenstoff 150; in Benzol 150
Schwefelsäure, Bestimmung in Kesselablagerungen 289; Einfluß auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 116; Bestimmung von Selen in Abfallschwefelsäure 117
Schwefelsäureester, Mikrobestimmung in Sulfatidfraktionen 315
Schwefelsäurefabrikation, Bestimmung des Vanadiumgehaltes in Vanadiumkatalysatoren 116
Schwefelverbindungen, polarographische Untersuchung 440
Schwefelwasserstoff, Bestimmung 240; Bestimmung in Gasen, in der Luft oder in industriellen Abwässern 368
Schweflige Säure, Bestimmung neben Chlorat 57
Scintillationsspektrometer, Flüssigkeits-Scintillationsspektrometer zur Radiosäulenchromatographie 1
Scyllit-Inosit, R_f-Wert 237
Scyllomeso-Inosose, R_f-Wert 237
Seifen, Bestimmung der Gesamtfettsäuren und des Unverseifbaren 298
Selen, photocolorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 117; Abtrennung von Polonium 58; Bestimmung in Erzen und Gesteinen 67; Bestimmung verschiedener Elemente in Reinstselen 138
Selen(IV), Reduktion mit L-Ascorbinsäure 58
Selenite, bei amperometrischen Titrationen 324; Bestimmung 442
Selenverbindungen, polarographische Untersuchung 440
Seltene Erden, Reaktion mit Glyoxalbis-(2-hydroxyanil) 425; Identifizierung der Summe der Seltenen Erden 277; Trennung der Seltenen Erden der ersten „Halbperiode" 46; Bestimmung in Be-, U-, Zr- und Ti-Metall-, -legierungen und -oxiden 132; Abtrennung aus Eisen und Stahl 139
Semicarbazid-hydrochlorid, Bestimmung 230
Serin, Aktivität 3; Bestimmung 158; Trennung von seinem Kupferkomplex 158; Bestimmung im Blutserum 395
Serochemische Subfraktionierung, mit Hilfe der Polarographie 389
Serum, optimale Fraktionierung und Anfärbung mit Lissamin Grün 312; Bestimmung von Natrium und Kalium 153; von Gold 390; von Magnesium 154; von Chlor und Schwefel 155; von butanolextrahierbarem Jod 392; Veraschung zur Bestimmung von proteingebundenem Jod 311; Trennung der Lipoproteine an Glaspulversäulen 313; Bestimmung von Adrenalin und Arterenol 399; Nachweis von tritium-markiertem Tetracyclin 310; Bestimmung von Mucoiden nach der Winzlerschen Methode 398
Serumlipoide, Trennung ohne vorherige Extraktion 313
Serummucoidbestimmung, Anwendbarkeit der Winzlerschen Methode 398
Sialinsäure, Bestimmung 398
Silber, Katalysator der Hexacyanoferratzersetzung 448; Extraktion als Oxinatkomplex 448; Bestimmung

446; photometrische Bestimmung 448; Bestimmung in Reinstselen 138; in Bleiglanz 70; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 267
Silber-110, Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277
Silber(I), Reaktion mit Hydrochinon 335
Silberionen, zur Bestimmung von Halogenionen 220
Silbersalze, Reaktion mit Hydrochinon 336
Silicagel-Aluminiumoxid-Mischkatalysatoren, Bestimmung der Oberflächengröße 374
Silicasteine, Bestimmung von Calcium und Magnesium 72
Silicate, Bestimmung von Phosphat als Molybdänblau 69
Silicium, Bestimmung 343; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 349; in Titanweiß 291; Bestimmung von 18 Spurenelementen 429; der Halogene in hochreinem Silicium 282; von Kobalt 144
Siliconöl DC 703, stationäre Phase bei der gaschromatographischen Trennung von Pyridinderivaten 202
Siliconvakuumfett, stationäre Phase bei der gaschromatographischen Trennung von Pyridinderivaten 202
Silicoorganische Verbindungen, Bestimmung von stickstoff- und carboxylhaltigen silicoorganischen Verbindungen 461
SNADNS, zur Bestimmung von Thorium 213
Sojabohnenmehl, Bestimmung 120; Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 293
Solochrome Fast Grey R. A. S., zur Bestimmung von Thorium und vierwertigem Uran 26
Solochromfarbstoffe, zur Zirkoniumbestimmung 253
Solochromschwarz RN, zur Bestimmung von Mikrogrammengen Titan 92
Solochrom Violett R. S., als colorimetrisches Reagens 96
Sonderwerkstoffe, Bestimmung von Aluminium 144
Sorbit, R_f-Wert 237
Spaltelemente, Bestimmung von Palladium in Legierungen von Spaltelementen des Urans 136
Spaltprodukte, Bestimmung in nichtbestrahlten Plutoniumlegierungen 281
Sparteinsulfat, Bestimmung 79
Spasmedal, Bestimmung 76
Specifications and Methods of Analysis for Certain Pesticides (Ministry of Agriculture) 127 [L]
Spektrophotometrie, indirekte Spektrophotometrie 436
Sphingosin, Abtrennung 384
Spurenanalyse, mit physikalischen Methoden 197
Spurenelemente, spektrochemische Bestimmung im Silicium 429
Squalan, stationäre Phase bei der gaschromatographischen Trennung von Pyridinderivaten 202
Stabilität, thermische Stabilität von Verbindungen 437
Stadtgas, Bestimmung von Schwefel 368
Stärke, Bestimmung in landwirtschaftlichen Produkten 293; in Pflanzen 120
Stahl, Bestimmung von Kupfer 401; Abtrennung der Seltenen Erden 139; Bestimmung von Kohlenstoff 284; von Zinn 139; von Blei 139; von Phosphor in niob- und tantalhaltigem Stahl 139; von Phosphor in wolframhaltigen Stählen 184; von Arsen in Kohlenstoffstählen 140; von Vanadium 56; von Vanadium mit Benzoylphenylhydroxylamin 140; von Tantal 140; von Sauerstoff 137; von Schwefel 141; von Chrom 142, 220; von Chrom und Vanadium 139; von Mangan 139; von Kobalt 142, 144; von Nickel 222
Stahlbeizen, Bestimmung freier Säuren in Stahlbeizen 75
Stahlindustrie, Bestimmung von Schwefel in Heizölen, die in der Stahlindustrie verwendet werden 294
Stearylammoniumacetat, Bestimmung auf Kalisalzen 147
Steroide, Analyse 78
Stickstoff, gaschromatographische Abtrennung 202; Abtrennung und Bestimmung in Gasgemischen 129; Bestimmung kleiner Mengen in Argon 367
Stickstoffdioxid, gaschromatographische Bestimmung 54
Stickstoffhaltige Substituenten, polarographische Untersuchung 440
Stickstoffhaltige silicoorganische Verbindungen, Bestimmung 461
Stickstoffverbindungen, Tüpfeltest in Erdölfraktionen 379
Stilbazo, zur Bestimmung von Yttrium 46
Stöchiometrie, Einführung (Nylen-Wigren 435 [L])

Stoffwechselprodukte, radioautographischer Nachweis von ^{35}S-DL-Cystin 396
β-Strahler, Radiochromatographie mit schwachen β-Strahlern 1
Strahlungsintensität, gegenseitiger Einfluß von Elementen auf die Strahlungsintensität in der Flamme 197
Stroh, Aktivitätskurve von ^{14}C-Aminosäuren aus einer hydrolysierten Strohprobe 3
Strontium, Nachweis 449; Bestimmung 209, 446; mit Chloranilsäure 204; derivatographische Bestimmung neben Calcium und Barium 329; Bestimmung in Mineralien und biologischem Material 370; in KCl- und NaCl-Kristallen 292; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Kupfer(II) und Eisen(III) neben Strontium 243; von Barium neben Strontium in Mineralen 287
Strontium-89/90, Identifizierung 277
Strontium-90, Bestimmung in Knochengeweben, Milch und Pflanzen 391
Strontiumisotope, Bestimmung in der Luft 274
Struktur und Physikalische Konstanten (Waterman) 127 [L]
Struktur von Verbindungen, Bestimmung durch physikalische Methoden 197
Strychnin, Untersuchung mit Kalignost 444; Bestimmung in Strychninpräparaten 389
Strychninpräparate, Bestimmung von Strychnin und Brucin 389
Strychninsulfat, Bestimmung 79
Styphninsäure, Bestimmung der S-Alkyl-N-phenylthiuronium-Salze 78
Styren, Nachweis 227
Styroldämpfe, Bestimmung in der Luft 128
Substituenten, Bestimmung am Benzolring von Petroleumdestillaten 149
Südtiroler Weine, analytische Beurteilung 239
Sulfanilamide, Bestimmung 78
Sulfat, UV-Spektren 57; indirekte flammenphotometrische Bestimmung 449; Bestimmung als Methylenblau 218; Bestimmung mit Barium 205; colorimetrische Bestimmung im Wasser 103; Bestimmung neben Phosphat in Kunstdünger 456; Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 382; in biologischem Material 155; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung verschiedener Elemente 198; auf die Zirkoniumbestimmung 257
Sulfate organischer Basen, Bestimmung 79
Sulfatidfraktionen, Mikrobestimmung von Schwefelsäureestern 315
Sulfarsazen, zur Bestimmung von Blei 52
Sulfhydryl-Gruppen, Bestimmung in reduziertem Keratin aus Haaren 397
Sulfid, Bestimmung in Gasen, in der Luft oder in industriellen Abwässern 368
Sulfite, Reaktion mit o-Hydroxymercuribenzoesäure 442; Bestimmung 442
Sulfonamide, Titration 302
7,4-Sulfo-1-naphthylazo-8-hydroxychinolin-5-sulfonsäure, als Indicator 444
Sulfonsäuren, Abtrennung durch Gaschromatographie 463
Sulfonsaure Salze, Abtrennung durch Gaschromatographie 463
Suppositorien, Titration schwacher Säuren 302

Tabakblätter, Bestimmung von Gesamtalkaloiden 307; Bestimmung von Nicotin und Nornicotin 307
Tabletten, Bestimmung von Aluminium 299; Bestimmung von Reserpin 388; von Phenacetin neben Coffein und Acetylsalicylsäure 386
Tantal, Bestimmung neben anderen Elementen 56; Abtrennung von Niob 117; Bestimmung im Stahl 140; Bestimmung der Verunreinigungen und Legierungskomponenten in Tantal 283
Tantal(V), Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 257
Tantaldrähte, bei der massenspektrometrischen Bestimmung von Blei 67
Taurin, Aktivität 3; Identifizierung 397
Teerdestillate, Bestimmung von Indol 237
Tellur, Abtrennung von Polonium 58; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266
Tellurit, amperometrische Titration mit Kaliumpermanganat 58
Tellursäure, Einfluß auf die Reaktion zwischen Permanganat und Cer(III) 245; Bestimmung von Bleispuren 74
Temperaturerhöhung und Trennwirksamkeit, in der Gaschromatographie 199
Terbium, Abtrennung 46
Terbium-160, Bestimmung im Hanford-Abwasser 275

Terpene, Trennung in ätherischen Ölen 306
Tetraäthylammoniumbromidlösung, zur coulometrischen Bestimmung von Europium und Ytterbium 213
Tetrabutylammoniumjodid, Reinigung zur Verwendung in der Polarographie 441
Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung 240; Bestimmung der Verunreinigungen 150
Tetracyanoäthylen, Reagens auf Stickstoffverbindungen in Erdölfraktionen 379
Tetracyanonickelatlösung, zur Bestimmung von Bromiden und Jodiden nebeneinander 63
Tetracyclin, radiometrischer Nachweis von tritium-markiertem Tetracyclin 310
Tetrahalogenphthalsäureester, zur gaschromatographischen Trennung aromatischer Verbindungen 438
Tetrahydroxychinon, Reaktionen 446; R_f-Wert 237
Tetrajodtyroessigsäure, Bestimmung 397
Tetraphenyloborate, analytische Anwendungen 444; zur Titration von Kalium 41; zur gravimetrischen Bestimmung von Ammonium 54
Tetraphenyloxalamide, zur Bestimmung von Kupfer 42
Tetraphenylstilboniumsulfat, zum Nachweis organischer Säuren 462
Thallium, Farbreaktion 426; mikroanalytische Bestimmung 454; Bestimmung mit verschiedenen Indicatoren 51; radiometrische Bestimmung mit ^{60}Co-markiertem Kobalthexamintrichlorid 454
Thalliumsalze, Extraktionsverfahren zur Bestimmung von Spuren Blei 73
Theobromin, Nachweis 76, 383
Theophyllin, Nachweis 76, 383; Bestimmung neben Natriumchlorid 79; neben Glucose und Natriumsalicylat 80
Thiamin, Bestimmung in Lebensmitteln 122
Thiazolidincarbonsäure, Identifizierung 397
Thioacetamid, zur Bestimmung von Kationen 208
Thioäpfelsäure, indirekte Bestimmung 207
Thiocyanat, zur Bestimmung von Wolfram 59; Bestimmung in Metallkomplexen 215; Titration mit Hypobromitlösung 218
Thiocyanatverfahren, zur Bestimmung kleiner Molybdänmengen 10
Thioglykolsäure, indirekte Bestimmung 207
Thioharnstoff, mercurimetrische Bestimmung 443
Thiomilchsäure, indirekte Bestimmung 207
Thiophen, Bestimmung in Benzol 150; in Gasölen 148
Thiophosphorverbindungen, Analyse 230
Thiosemicarbazid, Bestimmung 230
Thiosulfate, Farbreaktion 24; indirekte Bestimmung 207; mercurimetrische Bestimmung 251
Thiosulfat-Eisen(III)-reaktion, zur Bestimmung von Kupfer 113
Thiotaurin, Identifizierung 397
Thorium, Farbreaktion 426; Nachweis 446; Bestimmung 48, 208, 209; spektralphotometrische Bestimmung mit Solochrome Fast Grey R.A.S. 26; Bestimmung mit Fluorid unter Verwendung von Azofarbstoffen als Indicatoren 213; mit Oxalsäure und mit Äthylendiamintetraessigsäure 205; Trennung von Uran und Protactinium 49; komplexometrische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 133; Bestimmung in Tantal 283; in Wolfram und Molybdän 139; in Mineralien 371; in Erzen 67; in Monazitkonzentraten 69; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 267; Bestimmung von Yttrium neben Thorium 454
Thorium-Phenylfluoronkomplex, zur Bestimmung von Fluorid in Wasser 129
Threonin, Aktivität 3; Bestimmung 158; Trennung von seinem Kupferkomplex 158; Bestimmung im Blutserum 395
Thymidin, Abtrennung 318
Thymidylsäure, Abtrennung 318
Thyroxin, Bestimmung im menschlichen Plasma 159
Tiere, Bestimmung von Hyaluronidase 400
Tiermaterial, Bestimmung von Strontium 370
Tinctura Strychni, Bestimmung von Strychnin und Brucin 389
Tiron, Reaktion mit Germanium 455; zur Bestimmung von Titan 53
Titan, Reagens zur Bestimmung 52; photometrische Bestimmung mit Tiron 53; spektralphotometrische Be-

stimmung mit dem Azofarbstoff Solochromschwarz RN 92; Bestimmung neben anderen Elementen 56; Trennung von Mangan durch Ionenaustauschchromatographie 53; Bestimmung im Silicium 433; neben Eisen in Titanerzen und Titanschlacken 71; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 257; auf die Molybdänbestimmung 12; auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung der freien Säure in Salzlösungen 75; Bestimmung von Sauerstoff 137; von Kobalt 144
Titan(IV)-chlorid, Bestimmung von Verunreinigungen und Beimischungen 290
Titanerze, Bestimmung von Titan und Eisen nebeneinander 71; von Niob 70
Titangelb, zur Magnesiumbestimmung in Pflanzen 374
Titanlegierungen, Bestimmung von Bor 285; von Seltenen Erden 132
Titanmetall, Bestimmung der Seltenen Erden 132
Titanoxid, Bestimmung von Seltenen Erden 132
Titanpigmente, Bestimmung von Niob 70
Titanschlacken, Bestimmung von Titan und Eisen nebeneinander 71
Titanweiß, Bestimmung von Verunreinigungen und Beimischungen 290
α-Tocopherol, Wirksamkeit 296
o-Tolidin, zur Goldbestimmung 390
Toluol, Bestimmung 240; Bestimmung an Carbowax 400 201; Bestimmung in Benzol 150; Bestimmung aliphatischer Kohlenwasserstoffe 201
Toluoldämpfe, Bestimmung in der Luft 128
o-(p-Toluylsulfonamido)-anilin, zur Bestimmung von Kupfer 42
Toxikologie, Verwendung der Gaschromatographie 240; Nachweis von Nitriten 37
Trennwirksamkeit und Temperaturerhöhung, in der Gaschromatographie 199
s-Triazine, pyridylsubstituierte s-Triazine zur Eisenbestimmung 65
Triazurol, Nachweis 383
Tri-n-butylphosphinoxid, zur Trennung von Zirkonium-95 und Niob-95 53
Trichloräthylen, Bestimmung in Tetrachlorkohlenstoff 150
Trichlorboran, Bestimmung in Mischungen 453
Trijodtyroessigsäure, Bestimmung 397
2,4,6-Trimethylolphenol, Bromaufnahme 414, 415
Trinkwasser, Bestimmung von Fluor 275
Trioctylphosphinoxid, zur Extraktion von Hafnium bei der Fluoridbestimmung 61
Triphenyltetrazoliumchlorid, zur Bestimmung von Gallium 215
Triphosphat, Bestimmung von Ni, Cu und Mn 291
Tris(4′-äthyl-2′-pyridyl)-1,3,5-triazin, zur Eisenbestimmung 65
Tris-(hydroxymethyl)-aminomethan, zur Bestimmung von Chlorid 62
Tris(4′-phenyl-2′-pyridyl)1,3,5-triazinsubstitutionsprodukte, zur Eisenbestimmung 65
Trithiocarbonat, mercurimetrische Bestimmung 443
Tritium, zur Radiochromatographie 1; Fehler durch Aktivitätsmessung in organischen Verbindungen durch Färbung der Probelösung 207
Tryptophan, Bestimmung 158
Tüpfelanalyse, Nachweis von m-Nitranilin 13
Tüpfelproben, die zu gefärbten Reaktionsprodukten führen 442
Tyrosin, Aktivität 3; Bestimmung 158; Bestimmung im Blutserum 395

Ultramikroanalytische Arbeitsverfahren, Labortechnik und Arbeitsmethodik 15; Bestimmung von Plutonium 19; Mikrobestimmung von Plutonium 84
Unverseifbares, Bestimmung in Fetten, Fettsäuren und Seifen 298
Uracil, Abtrennung 318
Uran, Bestimmung 48; Schmelzkörper für die fluorimetrische Bestimmung 47; spektralphotometrische Bestimmung von Mikromengen 214; Bestimmung mit 3-Oximino-methylsalicylsäure 47; Abtrennung durch Lösungsmittelextraktion 214; Trennung von Thorium 49; Bestimmung in Zirkoniumlegierungen 137; in U-Pu-Legierungen 136; Bestimmung des Uran-235-Abbrandes in natürlichem Uran 280; röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung in Mineralien 371; Bestimmung in Erzen 67; in Erzen durch Wechselstrompolarographie 66; in Konzentraten durch Titration mit Eisen(III)-sulfat 72; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 199; auf die Molybdänbestim-

mung 12; Bestimmung von Yttrium neben Uran 454; von Vanadium 135; von Molybdänspuren 281; siehe auch Uranmetall
Uran-233, Tracer bei der Bestimmung von Uran-235 48
Uran-235, Bestimmung mit Uran-233 als Tracer 48; Bestimmung in Wismut-Metallegierungen 283; an der Oberfläche der Umhüllung von Uranbrennelementen 135; Fehlermöglichkeiten bei der Titration 48
Uran(IV), Bestimmung mit Solochrome Fast Grey R.A.S. 26
Uran-235-Abbrand, Bestimmung in natürlichem Uran 280
Uranbrennelemente, Bestimmung an der Oberfläche der Umhüllung 135
Uran-Brennstofflösungen, Bestimmung von Plutonium 281
Uranin, Bestimmung in Milch 121
Uranlegierungen, Bestimmung von Seltenen Erden 132; von Palladium 136
Uranmetall, Bestimmung von Bor 134; der Seltenen Erden 132; Analyse der Magnesiumfluoridschlacke bei Gewinnung von Uranmetall 288
Uranoxid, Bestimmung von Bor 134; von Seltenen Erden 132; von Molybdänspuren 281
Uran(VI)-oxinat, bei der Bestimmung von Mikromengen Uran 214
Uran-Plutonium-Legierungen, Bestimmung von U und Pu 136
Uranproben, Bestimmung von Bor 134, 135
Uranspaltprodukte, Bestimmung in der Luft 274; Bestimmung von Neptunium-237 136; von Jod-131 281
Uranylcarbonat, thermischer Zerfall 454
Uranylnitrat, Bestimmung von Cadmium 72
Uranylsulfatlösungen, Bestimmung freier Säuren 205
Uridin, Abtrennung 318
Uridin-5′-phosphat, Abtrennung 318
Urin, Bestimmung von Gold 390; von Calcium und Magnesium 154; von Glucose 398; von Eiweiß 312; Nachweis von Natriumanilin-N-glucopyranosiduronat 316; siehe auch Harn

Valin, Aktivität 4; Bestimmung 158, 395; Bestimmung im Blutserum 395
Vanadium, flammenphotometrische Bestimmung 55; colorimetrische Bestimmung als Vanadylsulfat 116; Bestimmung in metallischem Uran 135; in Erzen, Schlacken, Roheisen, Stahl, Ferrochrom und Ferrovanadium 139; mit Benzoylphenylhydroxylamin in Stählen und Erzen 140; in Titantetrachlorid 290; in Erdölprodukten 379; von Spuren in Öl 148; kleiner Mengen in Ölrückständen 381; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Kobalt 144
Vanadium(V), Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 257; auf die Molybdänbestimmung 12
Vanadiumkontaktmasse, radiometrische Kaliumbestimmung bei der Betriebskontrolle 373; Bestimmung des Vanadiumgehaltes 116
Vanadylsulfat, bei der Bestimmung von Vanadium 116
Vaseline, Bestimmung von Chloramphenicol 307
Veratrinsulfat, Bestimmung 79
Verchromung, Galvanische (Weiner) 366 [L]
Vergiftungsfälle, Aufklärung von Vergiftungsfällen mit Cyclopropan, Schwefelwasserstoff, Tetrachlorkohlenstoff, Kohlenmonoxid, Äthylchlorovynol u. a. giftigen Gasen 240
Verseifungszahlen, Bestimmung in Wachsen 152
Versuchspersonen, Bestimmung von Plasma-Aminosäuren bei gesunden Versuchspersonen 394
Versuchstiere, Nachweis von tritiummarkiertem Tetracyclin in Serum und Plasma 310
Verteilungschromatographie, in der Pflanzenchemie 298
Verteilungsskala, eines Kationenaustauschers 439
Verunreinigungen, Bestimmung von Calcium als Oxalat neben Verunreinigungen 44; Bestimmung in Tantal 283
Violaceen, Unterscheidung der Glykosidtypen der Flavonole 161
Viscose, Analyse 443
Viscositätsmessungen, von nicht-Newtonschen Flüssigkeiten durch das jeweilig verwendete Viscosimeter 443
Vitamin B_1, Bestimmung im Harn 316
Vitamin B_{12}, mikrobiologische Bestimmung 240
Vitamin C, Bestimmung 123
Vitamin D, biologische Bestimmung 124
Vitamine, Bestimmung von Vitaminen des B-Komplexes 78
Vitaminpräparate, Nachweis von Ascorbinsäure 306

Vollblut, Bestimmung von Magnesium 154
Vollsalz, Bestimmung von Kaliumjodid 121

Wachse, Bestimmung der Zusammensetzung mikrokristalliner Wachse 148; Bestimmung der Säurezahl 76; der Säure- und Verseifungszahl 152
Vom Wasser, Ein Jahrbuch für Wasserchemie und Wasserreinigungstechnik. Band XXV 1958 (Fachgruppe Wasserchemie) 125 [L]
Wasser, Verwendung von Sauerstoff-18-Wasser zur Bestimmung von Carboxyl-Endgruppen 319; Bestimmung in flüssigem Brom 130; in Tetrachlorkohlenstoff 150; Abtrennung und Bestimmung von verschiedenen Bestandteilen 129; Konzentrierung radioaktiver Nuklide 276; Analyse der Korrosionsprodukte im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277; radiochemische Analyse des Abwassers in Hanford 275; Bestimmung von Zink 45; Nachweis von Zink-65 und Kobalt-60 im Regenwasser 276; Bestimmung von Nitrat 366; von Sulfid und Cyanid in industriellen Abwässern 368; colorimetrische Sulfatbestimmung 103; Bestimmung von Fluorid 129; von Fluor in Trinkwasser 275; von Radiojod in Hochdruckkühlwässern von Kernreaktoren 276; organischer Substanzen in Industrieabwässern 220; Trennung organischer Säuren in Gegenwart von Wasser 232; Bestimmung von Phenol und phenolischen Verbindungen in sulfidhaltigen Abwässern 130; siehe auch Feuchtigkeit
Wasserstoff, Bestimmung kleiner Mengen in Helium 367; in Brennstoffen 378; in Mischungen mit Methan 274; in flüssigen Kohlenwasserstoffen 223
Wasserstoff-3, zur Radiochromatographie 1; Fehler bei der Messung in organischen Verbindungen durch unterschiedliche Färbung der Probenlösungen 207
Wasserstoffperoxid, indirekte Bestimmung 207
Wein, analytische Beurteilung Südtiroler Weine 239; Bestimmung von Glycerin 239; Nachweis und Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure 156
Weißkohl, Untersuchung 120; Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 293
Weizenmehl, Bestimmung 120; Bestimmung von Zellstoff, Stärke und Protein 293
Werkstoffprüfung, neue Meßzellen zur dielektrischen Werkstoffprüfung 210
Wirsingkohl, Analyse 120
Wismut, Bestimmung 445, 446; chelatometrische Bestimmung mit Hämatoxylin als Indicator 210; Abtrennung von Polonium 58; Bestimmung in Legierungen 283; in Elektrolytgold 131; in Wismut-Bleilegierungen 138; in hochreinem Nickel 146; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12; auf die Kobaltbestimmung 266
Wismut-Bleilegierungen, Bestimmung von Bi und Pb 138
Wismutjodwasserstoffsäure, zum Nachweis von Arzneimitteln 76
Wismut-Metallegierungen, Analyse 283
Wismut-Targetlösungen, Extraktion von Polonium 75
Wolfram, polarographische Bestimmung 60; Bestimmung mit Rhodanid 59; Trennung von Phosphor 186; Bestimmung neben Molybdän ohne vorherige Trennung 60; Bestimmung in Silicium 433; in Tantal 283; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 12; auf die Kobaltbestimmung 267; Bestimmung von Thorium 139; von Kobalt 144
Wolframhaltige Stähle, Bestimmung von Phosphor 184
Wollwachsalkohole, Bestimmung der Säurezahl 76

Xanthogenate, zur papierchromatographischen Entwicklung von Alkoholen 228; Oxydation 361
Xenon, Bestimmung 40
Xylenolorange, zur Bestimmung von Thallium 51
Xylol, Bestimmung in Benzol 150

Ytterbium, coulometrische Bestimmung 213
Yttrium, Farbreaktion 426; Bestimmung kleiner Mengen 453; Bestimmung mit Stilbazo 46; Abtrennung 46; Bestimmung in Tantal 283; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 199; Bestimmung von Eisen 134
Yttriumoxid, Bestimmung von Eisen 134

Zäpfchen, Bestimmung von Chloramphenicol 307

Zahnbein, Bestimmung von Calcium in Trichloressigsäureextrakten 390
Zahnschmelz, Bestimmung von Calcium in Trichloressigsäureextrakten 390
Zellstoff, Bestimmung in landwirtschaftlichen Produkten 293; in Pflanzen 120
Zigarrentabak, Bestimmung von Carbonylverbindungen im Rauch 231
Zink, Bestimmung 91, 208, 209, 445; chromatographische Mikrobestimmung 114; Bestimmung mit Dinatrium-Bariumäthylendiamintetraacetat 450; Abtrennung von anderen Metallen durch Extraktion mit Dithizon 44; Bestimmung neben Kupfer und Chrom in Katalysatoren 373; Bestimmung im Silicium 433; in Zirkoniumlegierungen 137; in hochreinem Chrom 138; in hochreinem Nickel 146; in Erzen 441; in Titanweiß 291; in Schmierölen 293; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung kleiner Cadmiumgehalte in metallischem Zink 133; von Blei 139; von Palladium 137
Zink-65, Identifizierung 277; Nachweis im Regenwasser 276; Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277; im Hanford-Abwasser 275
Zinkacetat, zur Bestimmung von Sulfat 219
Zinkoxinat, Extrahierbarkeit 451
Zinn, Bestimmung in Roheisen und Stahl 139; in hochreinem Nickel 146; Einfluß auf die Antimonbestimmung in Bleilegierungen 370; auf die Kobaltbestimmung 267
Zinn(II), Reaktion mit Glyoxal-bis-(2-hydroxyanil) 425; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 257
Zinn(IV)-chlorid, bei der Spaltung aliphatischer Äther 229
Zirkonium, Beiträge zur analytischen Chemie 253; Farbreaktion 426; Azofarbstoffe als Reagentien zur spektralphotometrischen Bestimmung von Zirkonium 253; Fällungsreagentien 216; Bestimmung 199; chelatometrische Bestimmung mit Hämatoxylin als Indicator 210; Bestimmung in Lösungen, die komplexbildende Säuren enthalten 116; Bestimmung neben anderen Elementen 56; Bestimmung in Magnesiumlegierungen 133; in Plutoniumlegierungen 282; in Wismut-Metallegierungen 283; in Tantal 283; Einfluß auf die Kobaltbestimmung 266; Bestimmung von Yttrium neben Zirkonium 454
Zirkonium-95, Identifizierung 277; radiochemische Abtrennung durch Extraktion 53; Identifizierung im Regenwasser 276; Bestimmung im Hochdruckkühlwasser von Kernreaktoren 277
Zirkoniumlegierungen, Bestimmung von Al, Mg, Be, U und Zn 137; von Seltenen Erden 132
Zirkoniummetall, Bestimmung der Seltenen Erden 132
Zirkoniumoxid, Bestimmung von Seltenen Erden 132
Zirkonium-Uranlegierungen, Bestimmung von Palladium 137
Zonenschmelzen, Wirksamkeit auf die Reinigung von Aluminium 279
Zucker, Bestimmung nach Luff-Schoorl 120
Zusätze, Bestimmung von Kupfer in Zusätzen zur Erschmelzung von Legierungen 401